



저작자표시-비영리-동일조건변경허락 2.0 대한민국

이용자는 아래의 조건을 따르는 경우에 한하여 자유롭게

- 이 저작물을 복제, 배포, 전송, 전시, 공연 및 방송할 수 있습니다.
- 이차적 저작물을 작성할 수 있습니다.

다음과 같은 조건을 따라야 합니다:



저작자표시. 귀하는 원저작자를 표시하여야 합니다.



비영리. 귀하는 이 저작물을 영리 목적으로 이용할 수 없습니다.



동일조건변경허락. 귀하가 이 저작물을 개작, 변형 또는 가공했을 경우에는, 이 저작물과 동일한 이용허락조건하에서만 배포할 수 있습니다.

- 귀하는, 이 저작물의 재이용이나 배포의 경우, 이 저작물에 적용된 이용허락조건을 명확하게 나타내어야 합니다.
- 저작권자로부터 별도의 허가를 받으면 이러한 조건들은 적용되지 않습니다.

저작권법에 따른 이용자의 권리는 위의 내용에 의하여 영향을 받지 않습니다.

이것은 [이용허락규약\(Legal Code\)](#)을 이해하기 쉽게 요약한 것입니다.

[Disclaimer](#)

2022년 2월
석사학위 논문

이황화몰리브덴(MoS_2) 나노입자가 코팅된 광섬유 기반 습도 센서 연구

조선대학교 대학원

광기술훈공학과

문종주

이황화몰리브덴(MoS_2) 나노입자가 코팅된 광섬유 기반 습도 센서 연구

**Research on fiber-optic humidity sensors coated with
nano-particles of Molybdenum disulfide(MoS_2)**

2022년 2월 25일

조선대학교 대학원

광기솔공학과

문종주

이황화몰리브덴(MoS_2) 나노입자가 코팅된 광섬유 기반 습도 센서 연구

지도교수 안 태 정

이 논문을 공학석사학위신청 논문으로 제출함

2021년 10월

조선대학교 대학원

광 기 술 공 학 과

문 종 주

문 중 주의 석사학위논문을 인준함

위원장	조선대학교	교수	박종락	인
위원	조선대학교	교수	안태정	인
위원	조선대학교	교수	권민기	인

2021년 12월

조선대학교 대학원

목 차

ABSTRACT

제1장 서 론	1
1. 습도센서 기술 동향	1
제2장 연구 배경	6
1. 광섬유 기반 습도 센서	6
2. 이황화몰리브덴(MoS_2)	10
제3장 광섬유 기반 습도 센서 구성 및 실험	14
제1절 식각 광섬유 기반 습도 센서	14
1. 습도 센서 제작 재료 선택	14
2. 습도 센서 제작 구조 및 재료	19
3. MoS_2 가 코팅된 광섬유 센서의 광학적 특성 변화	27
4. 호흡 시 발생한 습도 변화에 대한 광학적 특성 변화	30
5. 습도 챔버를 이용한 습도 변화 반응 실험	32
제2절 측면 식각 광섬유(SPF) 기반 습도 센서	44
1. 습도센서 제작 구조 및 재료	44
2. MoS_2 가 코팅된 SPF의 특성 변화 및 호흡 반응 실험	47
3. 습도 챔버를 이용한 습도 변화 반응 실험	49
제4장 논의	52
제1절 호흡 반응 지수	52
제2절 선행 연구 비교	55

제5장 결론 57

[참고문헌]

표 목 차

표 2.1 다양한 광섬유 기반 습도 센서 선행 연구	9
표 3.1 MoS ₂ 성장에 사용된 재료	22
표 3.2 광대역 광원의 시스템 사양	28
표 3.3 S115C - Thorlabs의 시스템 사양	29
표 3.4 Thermotron사의 SE-600-6-6의 시스템 사양	35
표 3.5 SJ Photonis Inc. FBG의 시스템 사양	38
표 3.6 MS9780A - Anritsu Inc.의 시스템 사양	40
표 3.6 SPF - KS Photonics Inc.의 제품 사양	46
표 4.1 사용된 센서의 성능 지표	53
표 4.2 광섬유 기반 습도 센서들의 성능 지표 비교	56

그림 목 차

그림 1.1	현재까지 연구된 습도 센서 방식	4
그림 1.2	여러 습도 센서 활용 분야	4
그림 1.3	여러 습도 센서 활용 분야	5
그림 1.4	정전용량 방식 및 저항 센서 방식의 디지털 습도계	5
그림 1.5	MoS ₂ 의 층상 분자 구조	5
그림 2.1	광섬유의 구조	8
그림 2.2	MoS ₂ 의 3가지 구조	12
그림 2.3	MoS ₂ 의 밴드 구조	12
그림 2.4	정공 캐리어 농도에 따른 굴절률과 감쇠 계수의 변화 그래프	13
그림 3.1	MoS ₂ with Di Water 용액의 교반 후 시간 경과에 따른 입자의 SEM 이미지	16
그림 3.2	MoS ₂ with DMF 용액의 교반 후 시간 경과에 따른 입자의 SEM 이미지	16
그림 3.3	MoS ₂ with Di Water 용액의 라만 분광법 분석결과 그래프	17
그림 3.4	MoS ₂ with DMF 용액의 라만 분광법 분석결과 그래프	17
그림 3.5	일차별 MoS ₂ 코팅 용액의 광학적 특성 변화 측정 실험 구성도	18
그림 3.6	MoS ₂ 코팅용 용액 교반 후 시간 경과에 따른 반응도 변화	18
그림 3.7	식각 광섬유 이미지	21
그림 3.8	합성 조건에 따른 MoS ₂ 입자 구조 차이	21
그림 3.9	성장된 B 타입 MoS ₂ 의 광학 이미지 및 SEM 이미지	23
그림 3.10	MoS ₂ +DMF 용액에 노출 중인 식각 광섬유	23
그림 3.11	MoS ₂ +DMF 용액에 코팅된 식각 광섬유의 SEM 이미지	24
그림 3.12	라만 분광법 측정 결과 그래프	25
그림 3.13	MoS ₂ 가 코팅된 식각 광섬유 기반 센서 구성도	26
그림 3.14	광대역 광원 패키지 이미지	28
그림 3.15	Optical Power meter 이미지	29
그림 3.16	코팅되지 않은 식각 광섬유의 호흡에 대한 반응 결과 그래프	31
그림 3.17	MoS ₂ 가 코팅된 식각 광섬유의 호흡에 대한 반응 결과 그래프	31
그림 3.18	Thermotron사의 SE-600-6-6 이미지	35

그림 3.19 온습도 챔버 실험 구성도 ----- 36
 그림 3.20 식각 광섬유 습도 센서의 온습도 챔버 실험 결과 그래프 ----- 37
 그림 3.21 식각 광섬유 습도 센서의 습도에 따른 광 세기 변화 결과 그래프 ----- 38
 그림 3.22 FBG를 활용한 온습도 챔버 실험 구성도 ----- 39
 그림 3.23 MS9780A - Anritsu Inc. ----- 40
 그림 3.24 FBG의 온도에 따른 중심 파장 변화 결과 그래프 ----- 41
 그림 3.25 FBG의 온도에 따른 중심 파장 변화 결과 그래프 ----- 41
 그림 3.26 광섬유 습도 센서의 습도 변화에 따른 스펙트럼 변화 결과 그래프 ----- 42
 그림 3.27 광섬유 습도 센서의 습도 변화에 따른 스펙트럼 변화 결과 그래프 ----- 42
 그림 3.28 광섬유 습도 센서의 온도 변화에 따른 중심 파장 및 광 세기 측정 결과 그래프 ----- 43
 그림 3.29 측면 연마 광섬유 구성도 ----- 45
 그림 3.30 측면 연마 광섬유와 MoS₂의 상호 작용 ----- 45
 그림 3.31 MoS₂-coated SPF humidity sensor ----- 46
 그림 3.32 코팅되지 않은 SPF의 호흡에 대한 반응 결과 그래프 ----- 48
 그림 3.33 MoS₂ Coated SPF의 호흡에 대한 반응 결과 그래프 ----- 48
 그림 3.34 MoS₂ Coated SPF의 온습도 챔버의 습도 제어 실험 구성도 ----- 50
 그림 3.35 SPF의 온습도 챔버의 습도 제어에 의한 손실률 변화 그래프 ----- 51
 그림 4.1 제작된 센서들의 호흡 반응 및 호흡 반응 지수 ----- 54

ABSTRACT

Research on fiber-optic humidity sensors coated with nano-particles of Molybdenum disulfide(MoS_2)

Jong Ju Moon

Advisor : Prof. Tae-Jung Ahn, Ph.D.

Department of Photonic Engineering

Graduate School of Chosun University

In this study, a humidity sensor was developed by combining the etched multimode optical fiber and the side polished optical fiber with the MoS_2 nanoparticle sheet. We quantified and predicted the change in optical properties due to the interaction of MoS_2 and H_2O molecules. We simulated using the correlation between the refractive index of MoS_2 and the attenuation coefficient k with respect to the change in hole carrier concentration for the doping material. Here, the doping material means H_2O . It was confirmed that as the hole carrier concentration increased, the refractive index of MoS_2 decreased and the attenuation coefficient k increased. At this time, the amount of change in each component changed nonlinearly.

MoS_2 was produced by synthesizing 0.363 g of $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ and 0.33 g of CH_3CSNH_2 at 200 °C for 24 hours. The sensitivity was improved by etching the multimode optical fiber up to about 50 μm in diameter. MoS_2 synthesized to coat MoS_2 on the fiber optic surface was mixed with a Dimethylformamide (DMF) solution. DMF solutions are mainly used as suspension solvents of materials such as MoS_2 . MoS_2 mixed with the DMF solution changes in particle size and properties over time.

We selected a coating solution by comparing MoS_2 and DMF solutions without DMF solutions with sensitivity over time. The coating solution had the highest sensitivity

when used immediately after MoS₂ and DMF were mixed.

We developed a humidity sensor by etching multimode optical fibers up to a core size of 50 μm, thereby improving etching difficulty and reproducibility. In the case of an etched optical fiber sensor, the reactivity to breathing was up to 0.5 dB. The response rate to breathing was about 0.85 seconds, and the recovery rate was about 2.952 seconds. In the case of lateral polishing optical fibers, the reactivity to breathing was up to 0.14 dB. The response rate to breathing was about 0.7 seconds, and the recovery rate was about 3.212 seconds. In the reported study, the reactivity of the single-mode optical fiber-based MoS₂ humidity sensor is up to 0.01 dB.

We conducted an experiment using a humidity chamber to confirm the performance of the developed sensor for humidity changes. The signal change of the sensor was monitored by applying a change in humidity from 40 to 80% in the humidity chamber. Due to the limitation of the humidity control capability of the humidity chamber, a rapid change in humidity occurred in some humidity changes. However, the developed sensor also detected such a change in humidity. The humidity sensor developed in this study uses an absolute humidity measurement method. However, the commonly used humidity measurement method is the relative humidity measurement method. Relative humidity is calculated and expressed based on absolute humidity and current temperature. Therefore, a system for simultaneously measuring temperature and humidity using fiber-based temperature sensor Fiber Bragg Grating (FBG) was proposed. Through the respiratory response index, the direction of improving the performance of humidity sensors in future studies is presented.

제1장 서 론

1. 습도센서 기술 동향

수분(H_2O)은 공기 중의 약 80%를 차지하며 다양한 방식으로 표현된다. 주로 습도(Humidity)라고 정의되며, 공기 중에 포함되어있는 수증기의 양 또는 비율을 의미한다. 습도는 상대습도(Relative Humidity)와 절대습도(Absolute Humidity) 두 가지로 나뉜다. 절대습도는 물의 밀도를 의미하며 증기, 즉 가스의 단위 부피당 수증기 질량을 의미한다. 반면에 상대습도는 특정 온도에서 공기의 실제 수증기 압력과 포화 수증기 압력의 비율로 표현된다. 습도 측정에서 가장 일반적으로 사용되는 방식으로는 상대습도(RH), 이슬/동결점(D/F PT), 수분 백만분율(PPM) 측정 등이 있다.^[1] 공기 중의 습도 함량은 산업 주요 시설부터 주거 환경까지 많은 부분에 영향을 주고 있다.^[2] 수년간 산업 생산환경에 직간접적으로 영향을 주는 습도 측정을 위해 다양한 연구가 시도되어 왔다. 인간의 머리카락과 같은 재료의 확장, 축소를 측정하는 단순한 방식부터, 소형 전자 칩을 이용하거나 최근에는 광섬유 기술을 사용하는 것과 같은 매우 발전된 기술에 이르기까지 그 방법은 다양하다.^[3][그림 1.1]

습도의 측정은 다양한 금속재의 부식에 취약한 발전 시설과 같이 경우에 따라서는 높은 습도가 치명적으로 작용할 수 있기 때문에, 주기적인 습도 측정은 매우 중요하다. 실제로 2017년 고리원전 4호 원자력 발전 시설에서는 냉각재가 누출되어 원자로 가동을 중지시킨 일이 발생하기도 했다. 고장의 원인은 시설 내부 밸브가 파손된 것으로 추측되었지만 수백만 개의 부품과 수백~수천 km의 배관으로 이루어져 있어 정확한 파손 부위를 감지하기에 어려움이 있었다.^[4] 원자력 발전소의 경우 한번의 가동 중지가 매우 큰 손실을 불러오기 때문에 습도 변화를 빠르게 탐지하여 사고를 예방하는 것이 중요하다. 다양한 콘크리트 기반 건축물의 경우 열화 손상에 대한 변화를 감지하기 위해 전기저항특성을 측정하는 방식으로 열화 손상을 탐지한다.^[5] 콘크리트의 미세 구조 특성으로 인해 전기저항특성이 온, 습도에 영향을 크게 받으므로 열화 손상 측정에 있어서 온, 습도에 대한 측정도 필요하다.^[6] 또한 콘크리트 구조물의 경우 부식에도 취약하며, 원자력 발전소 건축물의 경우 냉각수 공급을 원활하게 하기 위해 [그림 1.2(f)]와 같이 바다와 인접한 지역에 건설되는 경우가 많다.^[7-9] 지리적 특성상 원자력 발전소는 소금과 같은 염화 이온에 노출되기 쉬운데 이 경우 공기 중의 습도와 반응하여 부식 현상을 더욱 가속시킨다. 따라서

공기 중의 습도를 모니터링하여 부식에 대한 위험을 미리 감지하고 예방하는 것이 중요하다. 반도체 생산 분야의 경우 공정에 사용되는 장비는 보관 방식이 매우 중요하다. [그림 1.3(a)]는 반도체 공정에서 사용되는 광원으로서, 보관 환경이 매우 중요한 특징을 가진다. 따라서 온도, 습도 측정이 가능한 보관함에 보관이 되며, 사용되는 습도센서의 수명, 정확도가 매우 중요한 환경이기 때문에 최근 광섬유 기반 습도센서가 주로 사용된다. [그림 1.3(b)]의 경우 스마트팜에서 사용되는 온습도 관리 시스템 개략도이다. 스마트팜은 최근 농업 관련 분야에서 농산물 생산 효율 향상을 위해 사용되는 시스템을 의미하며, 넓은 영역에서 각 지점에 해당하는 온도, 습도를 측정하고, 온습도 변화에 따라 환경을 제어하는 시스템을 포함한다. 그 외에 습도의 측정은 식품 공정과 저장^[10], 농업^[11], 제약^[12], 생물 의학^[13], SHM^[14], 대기 상태 모니터링^[15] 등 다양한 산업에서 중요한 요소이다[그림 1.2]. 광범위한 지역에 습도 분포를 측정해야 하는 스마트팜 시설^[16]이나, 정확한 습도 측정 및 제어가 필요한 반도체 공정 시설 등 다양한 산업 환경에서 습도센서의 중요도가 높다고 할 수 있다.^[17]

습도의 측정 방법에는 크게 직접 측정 방식과 간접 측정 방식으로 구분된다. 기존에 널리 쓰인 방법은 [그림 1.4]과 같은 정전용량 측정 방식과 저항 센서 방식으로 직접 측정 방식에 속한다. 건습구 습도계는 물이 증발할 때 소모되는 증발열 에너지를 이용한 방식으로 건조한 환경의 온도계와 습한 환경의 온도계를 비교하는 방식으로 습도를 측정한다. 이러한 방식은 습도 변화에 따른 반응 속도가 느려, 실시간으로 습도 모니터링이 필요한 환경이나 정확한 습도 측정이 필요한 환경에서는 부적합하다. 따라서 주로 사용되는 습도센서는 저항성 및 정전용량형 측정 방식을 사용하는 전자식 방식을 사용한다. 이 방식은 간접 측정 방식으로 수분에 의한 흡착으로 소자 표면의 전도도 또는 유전 상수의 변화를 측정하는 원리를 이용한다.^[18] 하지만 비교적 낮은 정확도, 전자파에 대한 영향 등으로 발전시설과 같은 강한 전자기장에 노출되어있는 환경에서는 부적합하여 이러한 단점을 극복하기 위한 다양한 시도가 이루어지고 있다. 특히 전자기파에 대한 내성은 의학 분야에서 그 중요성이 두드러진다. 호흡 센서를 통해 호흡 여부를 모니터링 해야하는 중증 환자의 경우 자기공명영상(MRI)시스템 또는 종양학적 치료 중에는 전자식 호흡 센서를 사용할 수 없다. 방사선 또는 높은 전자기장의 영향으로 인해 전자식 호흡 센서의 고장을 유발할 수 있으며, 환자에게 위험을 초래할 수 있다. 이럴 때 광학적 측정 방식이 주로 사용된다. 광섬유 기반 호흡 센서는 환자의 코, 입 등에 가까이 배치

함으로써 호흡을 모니터링할 수 있으므로 전자식 호흡 센서의 적절한 대안이 될 수 있다.^[19] 따라서 앞서 언급된 단점들을 보완하기 위해 차세대 센서 소자로 광섬유 센서가 주목을 받고 있으며, 최근에는 산업 주요 기반시설 구조물에 장기적인 모니터링을 위한 다양한 물리량을 측정하기 위한 광섬유 센서 연구가 진행되고 있다. 주로 광섬유 격자를 활용한 압력 및 온도 센서 분야가 있으며, 최근에는 다양한 물리량을 측정하기 위한 광섬유 센서 연구가 진행되고 있다.^[20]

이황화몰리브덴(MoS_2)은 흑연과 같은 2차원 층상 결정구조를 가진 물질로, 몰리브덴(Mo)이 두 개의 황 사이에 있는 [그림 1.5]과 같은 격자구조를 가진다.^[21] 최근 연구를 통해 MoS_2 는 밴드갭 천이로 인해 1.3-1.9 eV의 밴드갭을 가지며 이러한 특성은 다양한 전기 기반 센서 분야에 활용되고 있다.^[22] 또한 MoS_2 는 반 데르 발스 힘에 의해서 공기중의 물 분자와 같은 극성 분자를 끌어들이며 분자 표면에 흡착되는 성질을 가진다.^[23] MoS_2 표면에 흡착된 H_2O 분자는 MoS_2 의 광학적 성질을 변화시켜 굴절률이 변화하게 되는데 이러한 성질을 이용해 습도센서를 개발 및 연구가 진행되고 있다.^[24-25] 본 연구에서는 이러한 광학적 특성을 이용하여 MoS_2 기반의 다양한 종류의 습도센서 연구를 진행하였으며 자세한 원리는 다음 제2장 연구 배경에서 소개한다.

Methods of measuring humidity

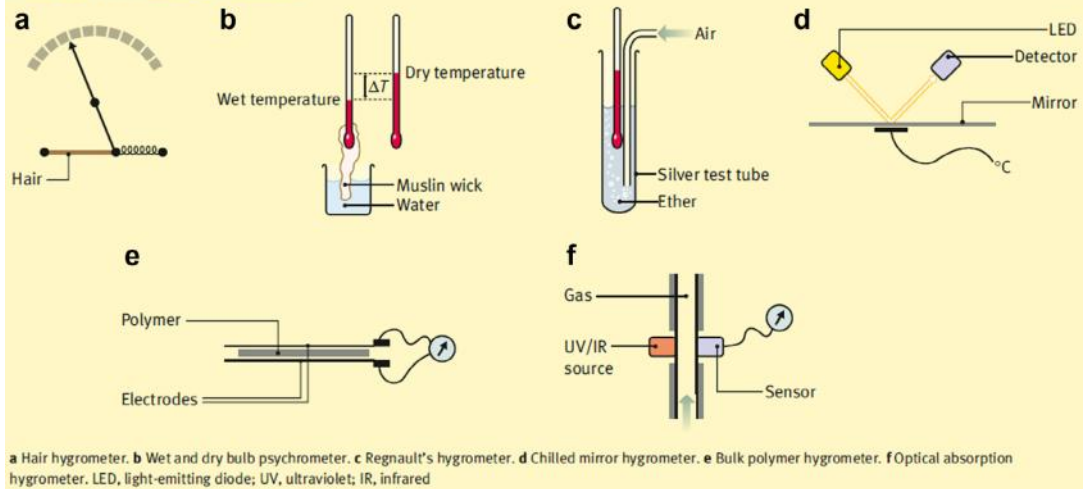


그림 1.1 현재까지 연구된 습도센서 방식



(a) 식품 저장 및 공정



(b) 농업



(c) 제약



(d) 건축물 안정성 모니터링



(e) 대기 환경 모니터링

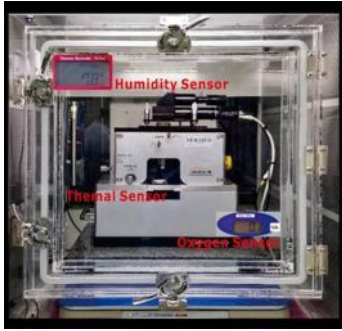


(f) 원자력 발전소



(g) 생산 공정

그림 1.2 여러 습도센서 활용 분야



(a) 반도체 공정 장비에 사용된 온습도 측정 센서



(b) 스마트팜 환경 유지용 온습도 측정 센서 구조

그림 1.3 여러 습도센서 활용 분야



그림 1.4 정전용량 방식 및 저항 센서 방식의 디지털 습도계

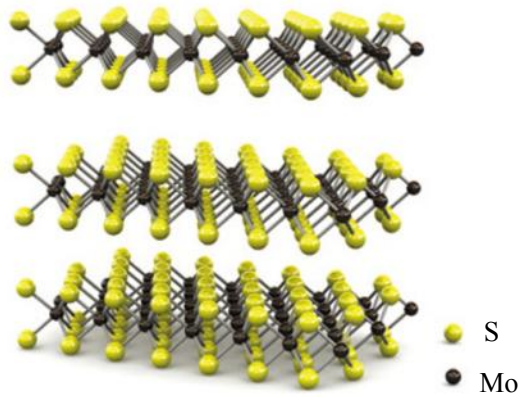


그림 1.5 MoS₂의 층상 분자 구조

제2장 연구 배경

1. 광섬유 기반 습도 센서

광섬유는 [그림 2.1]과 같이 코어(Core)와 클래드(Clad)로 이루어져 있는데 이는 각각 8 μm -50 μm 의 빛이 통과하는 층, 125 μm -140 μm 의 반사 유도 층, 250 μm 또는 500 μm -900 μm 두께의 피복 층이 있다.^[26] 신호를 전송하는 과정은 굴절률 차이를 가진 구조로 인한 내부전반사 원리를 이용하며 전반사란 굴절률이 높은 매질에서 낮은 매질로 빛이 진행할 때 일정한 각도 이상으로 입사 시 빛이 굴절되지 않고 반사되는 현상을 뜻한다. 광섬유는 이러한 전반사 조건을 만족시키기 위해 코어의 굴절률이 클래드의 굴절률에 비해서 1% 정도 높은 굴절률을 가진다. 광섬유는 코어 내부를 지나는 광신호의 모드 수에 따라 단일 모드 광섬유(Single Mode Fiber)와 다중 모드 광섬유(Multi Mode Fiber)로 구분한다. 광섬유는 강한 내구성, 부식에 대한 내성, 전자기파에 대한 내성과 같은 장점이 있으므로 차세대 통신 및 센서 소자로 많은 연구가 진행되고 있다. 광섬유의 감지 방법으로는 광 강도 센서 방식, 광섬유 격자 센서, 간섭계 기반 센서 등 다양한 방식으로 구현되고 있다. 광 강도 센서 방식은 광섬유에 직접 광신호를 입력하고 입력 광 세기 대비 출력되는 광 세기를 측정하는 방식으로 이용된다. 광 출력을 변화하는 방법으로는 광섬유의 클래드 부분을 식각하고 코어 층 표면에 반응성 물질을 코팅하게 되면 해당 물질이 클래드로서 작용하게 된다. 이때 반응성 물질의 광학적 특성 변화로 기인한 출력 광 세기 변화를 측정하는 방식이다. 광섬유 격자 센서로는 장주기 광섬유 격자를 사용하였다. 장주기 격자는 넓은 대역폭, 낮은 손실률, 파장 선택성 등의 장점이 있어 광대역 파장 필터, 파장 분할 다중화(WDM)등 다양한 곳에 사용된다.^[27] 널리 사용되는 장주기 격자 제작 방법으로는 고출력의 UV 레이저를 광원으로 마스크를 이용하여 격자를 새기는 방법이 있다. 장주기 격자는 격자 간격에 따라서 특정한 파장 대역의 광신호가 클래드 영역에서 진행된다. 이때 광섬유 격자 간격은 광섬유에 가해지는 온도와 압력에 따라 변화하므로 온도 및 압력 센서로 널리 사용된다.^[28]

광섬유 기반 습도센서는 2008년부터 활발하게 연구가 진행되어 왔다. 기존에 다양한 방식으로 구현되어왔던 광섬유 기반 습도센서는 사용되는 물질, 구현되는 방식에 따라서 반응 속도, 감지 범위, 민감도 등 다양한 성능 지표를 보인다.

Polyimide를 재료로 사용하여 제작된 센서의 경우 측정 범위는 11-97%로 넓은 측정 범위를 가지고 있다.^[29] 하지만 반응 속도가 22-29분으로 매우 느리게 반응하는 단점을 가지고 있으며, 광 신호의 전체 스펙트럼 변화를 측정해야 하는 단점을 가지고 있다. 몰리브덴 디 셀레 나이드(MoSe₂)를 기반으로 한 광섬유 습도센서도 선행 연구로 진행되었다. 해당 연구에서는 높은 재현성과 내구성을 위해서 Side Polished Fiber를 사용하였다. 길이 약 16mm, 깊이 약 58 um로 연마된 광섬유를 활용하여 센서를 제작하였다. 연마된 광섬유 표면에 두께 약 370 nm의 MoSe₂ 입자를 코팅하였으며 MoSe₂의 합성은 수열 합성 방식으로 이루어졌다. 해당 연구에서 개발된 습도센서는 습도 감지 범위 32-73% RH로 더욱 좁은 측정 범위를 가지고 있다.^[30] 습도에 대한 반응도는 최대 14.3 dB를 보였으며, 0.321 dB/%RH의 단위 습도당 반응도를 보였다. 호흡에 대한 반응 실험도 진행이 되었는데, 호흡에 대해서 약 1 s의 반응 속도와 약 4초의 회복 속도를 보였다. 이 외에도 PVA와 같은 폴리머 계열의 물질을 활용한 광섬유 기반 습도센서도 연구가 진행되었다.^[31] 해당 연구는 온도 및 압력 센서로 주로 사용되는 Tilt Fiber Bragg Grating (TFBG)와 내부 격자 구조가 광섬유가 진행함에 따라서 간격이 넓어지는 Charped FBG를 활용하여 습도 센서를 구현하였다. TFBG위에 코팅된 PVA는 습도 변화에 대해 굴절률이 변화한다. 굴절률 변화로 인해 TFBG의 투과 파장이 변화하게 된다. CFBG는 TFBG의 클래드 모드 공명 영역에 적합한 광대역 파장을 반사하도록 설계되어 반사된 신호가 TFBG에 의해 다시 변조는 방식을 이용한다. 해당 연구에서 제안된 습도센서는 약 1.8 uW/%RH의 단위 습도당 변화율을 보였다. 습도 감지 범위는 20%에서 85%까지 넓은 감지 범위를 보였으며, 반응 속도는 약 2 s였다. 해당 연구에서는 습도 변화에 따라서 측정되는 파장이 다르며, 스펙트럼 측정 방식을 사용해야 하는 단점이 있다. 광섬유 기반의 습도센서는 언급된 사례 외에도 다양한 종류의 광섬유 기반 습도센서가 연구되었으며 각 센서의 성능 지표는 [표 2.1]에 나타났다.^[32-37] 본 연구에서는 다양하게 진행된 광섬유 기반 습도센서 중에서 MoS₂ 기반 습도센서 선행 연구의 성능을 개선하고자 한다.

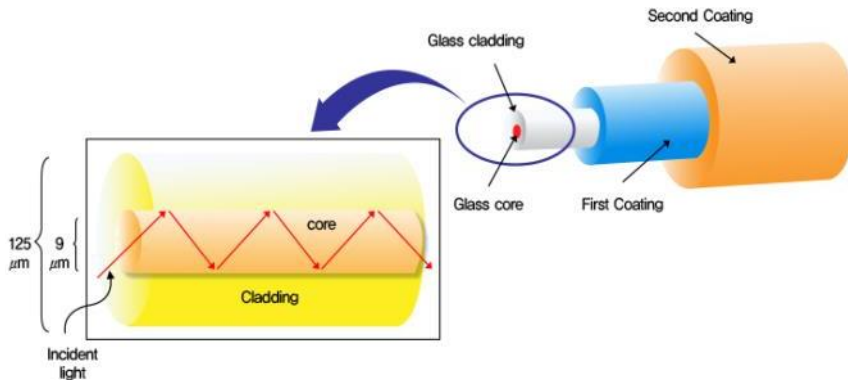


그림 2.1 광섬유의 구조

Year	Configuration	Dynamic Range (%RH)	Method	Response Time
2017	MoSe ₂ coated SPF ^[30]	41 (32-73)	Power variation	< 1-4 sec
2012	PMMA polymer cladding ^[32]	60 (30-90)	$\Delta\lambda_B$, strain	< 7 min
2009	Poly(ethylene oxide) with LPG ^[33]	27 (50-77)	$\Delta\lambda_B$, strain	< 10 sec
2015	Polymide with FBG ^[29]	86 (11-97)	Power variation	< 22-29 min
2010	Ag-Polyaniline coated U-bend fiber ^[34]	90 (5-95)	Power variation	< 30 sec
2012	Xerogel coated fiber ^[35]	60 (10-70)	$\Delta\lambda_B$, strain	10 s - 2 min
2015	PVA coated Tilt Fiber Bragg Grating ^[31]	65 (20-85)	$\Delta\lambda_B$, strain	< 6 sec
2012	Hollow core photonic band-gap filter ^[36]	90 (0-90)	Power variation	< 78-118 sec
2011	MMF coated with PVA at distal end ^[37]	40 (25-65)	Power variation	< 2 min

표 2.1 다양한 광섬유 기반 습도 센서 선행 연구

2. 이황화몰리브덴(MoS₂)

이황화몰리브덴(MoS₂)은 TMDs 물질 중 하나인 몰리브덴(Molybdenum, Mo)과 칼코겐 원자 황(S)으로 이루어진 무기 화합물이며 기본적으로 N형 반도체 물질이다. MoS₂를 성장하는 방법은 다양한데, 반 데르 발스 힘을 이용한 물리적 박리, 수열 합성, 전기 화학적 합성, 화학기상증착법(Cheical Vapor Depostion, CVD)를 이용한 방법 등이 있다. 합성된 MoS₂는 육방정계 형으로 구성되는 단일 결정 물질로서 현재까지 연구된 바에 따르면 MoS₂는 [그림 2.2]와 같은 적층 구조에 따라서 1T-MoS₂, 2H-MoS₂, 3R-MoS₂의 3가지 형태를 가진다.^[38] 1T-MoS₂ 구조는 MoS₂의 층간 간격이 좁아 금속과 같은 도체 물질이다. 2H-MoS₂와 3R-MoS₂ 구조는 인가된 전압에 따라 유동적으로 전류가 흐르는 반도체 구조이다. 3R-MoS₂ 구조의 경우 2H 구조에 비해서 좀 더 낮은 전기 전도도 특성을 가진다.^[39] 이렇게 육방정계 형으로 배열된 MoS₂의 모서리 부분의 S²⁻원자는 음이온을 띄고, Mo⁺⁴ 원자는 양이온을 띄기 때문에 Mo와 S는 공유 결합을 이룬다.^[40] MoS₂는 기본적으로 분자 구조 층 수에 따라서 밴드 구조가 다르다. [그림 2.3]은 대표적으로 벌크 형태와 단층 구조일 때 MoS₂의 밴드 구조를 나타낸다. 벌크 형태의 경우에는 MoS₂ 분자가 같은 벡터선상에서 존재할 경우, 전도대의 가장 밑 부분 에너지 준위와 가전자대의 윗부분이 일치하지 않는 직접 천이(Direct band gap)구조를 가지며, 단층 구조의 경우 벌크 형태와 반대로 간접 천이(Indirect band gap)구조를 가진다. 이러한 특징은 MoS₂를 센서로 활용할 경우, 반응 속도 및 반응에 대한 회복 속도에 영향을 끼친다. 직접 천이 방식의 경우 밴드 에너지 사이 전자 간 이동이 작은 에너지로도 가능하여 외부 자극에 빠르게 반응하고 회복하는 특징을 가진다. MoS₂는 분자 구조로 인해 극성을 가진 분자와 반 데르 발스 힘에 의해서 MoS₂ 표면과 인력이 작용한다. 대표적으로 공기 중의 H₂O 분자와 작용한다. MoS₂와 접촉한 H₂O 분자는 도핑 물질로 작용하며, MoS₂의 굴절률 n과 감쇄 계수 k를 변화하게 된다.

$$n + ik = \sqrt{\frac{\epsilon_m - \frac{e^2}{\omega^2} \left(\frac{n_e}{m_e^*} + \frac{n_h}{m_h^*} \right)}{\epsilon_0}} \quad (2.1)$$

$$\frac{\epsilon_m}{\epsilon_0} = \epsilon_1 + i\epsilon_2 \quad (2.2)$$

위 [식 2.1]은 높은 이동도를 가진 물질의 전자, 정공의 유효 질량 변화에 따른 굴절률과 감쇄 계수 k 와의 상관관계이다.^[41] MoS_2 는 높은 이동도를 가진 물질이며 1550nm 파장 대역에서 $\epsilon_1 = 14.573$ 값을 가지며, $\epsilon_2 = 0.91291i$ 이다. [식 2.2]는 물질의 비유전율과 복소유전율과의 상관관계를 나타낸다. 그러므로 [식 2.2]에 따라서 $\sqrt{\epsilon_m/\epsilon_0} = 3.8193 + 0.1195i$ 가 된다. 또한 MoS_2 의 전자, 정공의 유효 질량은 각각 $0.454m_e$, $0.626m_h$ 이다.^[42-43] 본 연구에서 합성된 MoS_2 는 전압이 증가함에 따라 전류가 감소하는 P형으로, 정공이 분자 내에서 이동한다. H_2O 가 MoS_2 와 물리적으로 접촉할 경우 MoS_2 내의 정공이 H_2O 의 극성 구조로 인해 한곳으로 정공이 몰려 농도가 높아지게 된다. 따라서 n_h 상수가 증가하게 되고, 이는 곧 감쇄 계수 k 의 증가로 이어진다. [그림 2.4]는 정공의 캐리어 농도 증가에 대한 굴절률 n 과 감쇄 계수 k 의 변화량을 [식 2.1]에 대해 계산한 결과이다. 본 연구에서는 감쇄 계수 k 의 변화로 인해 MoS_2 의 광 흡수율에 변화가 발생하며, 이러한 현상을 이용해 광섬유 기반 습도센서로 이용하였다.

본 연구에서는 MoS_2 를 수열 합성법으로 합성하였으며 수열 합성법은 밀폐 용기 내부에 100°C 이상의 열과 압력을 가하여 고온 고압 상태를 구성하여 물질을 합성하는 방법이다. 수열 합성법은 물질에 대해 높은 온도와 압력을 가하여 용해도를 증가시키고, 입자의 모양, 크기, 결정 상태 등을 변화시키기 위해 사용된다. 또한, 합성이 진행되는 시간, 압력, 용액의 농도 등에 따라서 다양한 상태의 입자를 얻을 수 있다.^[44] 수열 합성으로 제작된 MoS_2 는 디메틸포름아마이드(Dimethylformamide, DMF)용액과 혼합하게 되는데 DMF 용액은 그래핀이나 탄소 나노 튜브와 같은 다양한 재료의 서스펜션 용매로 널리 사용됐다.^[45-46] MoS_2 의 코팅 품질 확인은 라만 분광법(Raman spectroscopy) 방식을 통해 확인할 수 있다. 라만 분광법은 1928년도 과학자 찬드라 세카르 라만이 발견한 라만 효과를 이용한 분석 방법으로서 특정 분자에 레이저를 입사시키면 그 분자의 전자의 에너지 준위의 차이만큼 에너지를 흡수하는 현상을 통해 분자의 종류를 알아내는 방식이다.^[47] MoS_2 를 라만 분광법을 이용해 분석하면 MoS_2 박막 층수에 따라 다르지만 약 386cm^{-1} 과 404cm^{-1} 에서 신호가 감지된다.^[48]

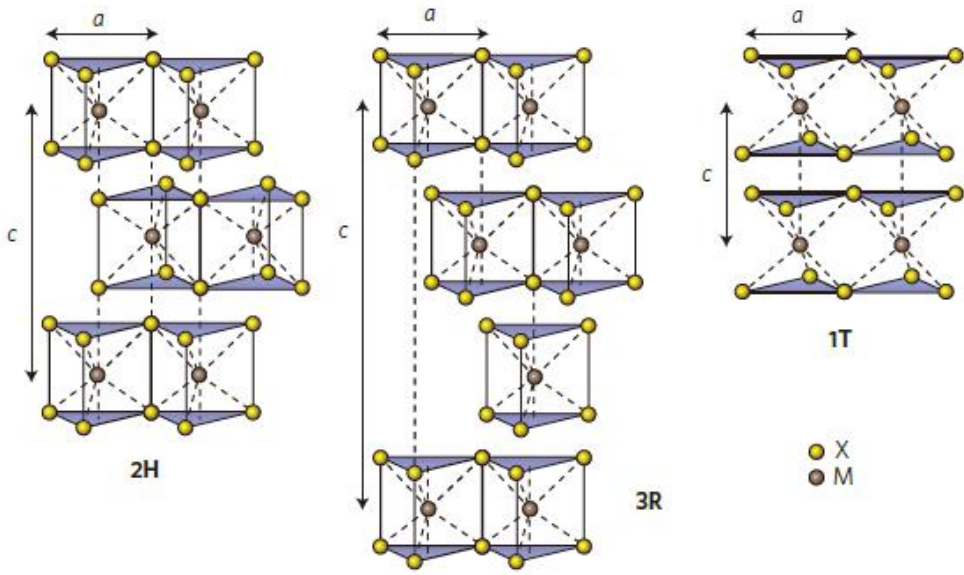


그림 2.2 MoS₂의 3가지 구조

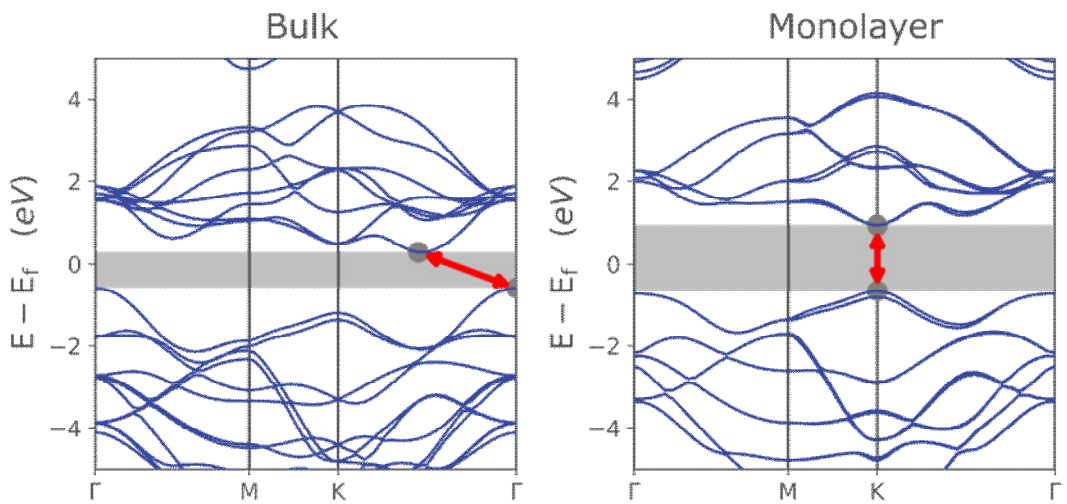


그림 2.3 MoS₂의 밴드 구조

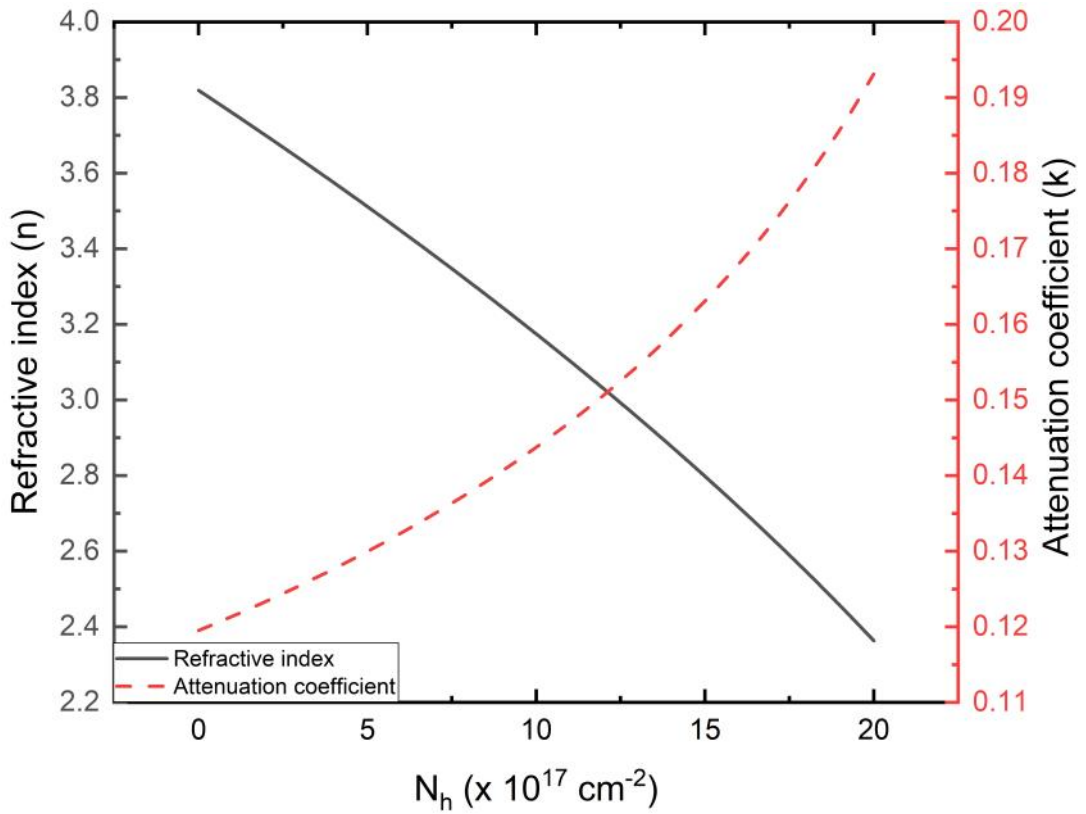


그림 2.4 정공 캐리어 농도에 따른 굴절률과 감쇠 계수의 변화 그래프

제3장 광섬유 기반 습도 센서 구성 및 실험

제1절 식각 광섬유 기반 습도 센서

1. 습도 센서 제작 재료 선택

본 연구에서는 MoS_2 기반 광섬유 습도센서의 선행 연구를 바탕으로 센서의 성능 향상 및 센서 제작 난이도 완화에 초점을 두고 연구를 진행하였다.^[49] 선행 연구의 경우 단일 모드 광섬유를 활용하였으며, 식각을 통해 그 두께를 약 $18 \mu\text{m}$ 로 제작하였다. 해당 연구에서 MoS_2 는 MoS_2 결정체를 DI Water에 넣은 후 초음파 처리를 약 8시간 동안 진행하였다. 이러한 과정을 통해 결정체가 분해되고 큰 입자를 가진 MoS_2 가 작은 입자로 분해된다. 그리고 얻은 용액을 원심 분리를 통해 MoS_2 만을 추출한다. 제작된 용액을 식각 광섬유 표면에 떨어뜨린 후 자연 건조를 통해 센서를 제작하였다. 제작된 센서의 삽입 손실을 약 10 dB 였으며 호흡 반응에 대해서 약 0.01 dB의 민감도를 보였다. 호흡 반응에 대한 반응 속도는 0.066 s였으며, 회복 속도는 약 2.395 s의 성능을 나타냈다. 본 연구에서는 해당 선행 연구의 반응도 향상 및 제작 난이도 완화에 초점을 두고 실험을 진행하였다. 선행 연구의 경우 식각 과정을 통해 광섬유를 $18 \mu\text{m}$ 까지 식각하였는데, 이는 매우 얇은 두께로 센서의 내구성이 떨어지며, 식각 하는 과정에서 두께 조절이 어려워 재현성 측면에서도 불리하게 작용한다. 해당 선행 연구는 MoS_2 를 광섬유에 코팅하는 과정에서 DI water만을 MoS_2 와 혼합하여 사용했다. 본 연구에서는 MoS_2 와 같은 Transition Metal Dichalcogenides(TMDs) 물질의 서스펜션 용액으로 많이 사용되는 DMF 용액을 MoS_2 입자와 혼합하여 코팅에 사용하였다. DMF 용액은 DI Water에 비해서 높은 휘발성을 가지고 있어 건조 과정이 더 빠르게 진행된다. 또한, DMF 용액은 시간이 지남에 따라 MoS_2 입자의 크기를 변화시키기 때문에 MoS_2 를 코팅하는 시점에 따라서 MoS_2 입자의 크기를 조절하며, 선택적으로 사용할 수 있다.^[50] 시간에 따른 입자의 크기 및 구조가 변화하는 특징은 습도 변화에 대한 반응도 변화로 이어지기 때문에 실험을 통해 최적의 조건을 실험을 통해 찾아냈다. MoS_2 를 DI water와 DMF 용액에 각각 혼합한 후 시간 경과에 따른 용액의 변화를 SEM 이미지와 라만 분광법을 통해 분석하였다. [그림 3.1]과 같이 DI water와 혼합한 MoS_2 의 경우 시간이 지남에 따라 입자 구조가 큰 변화가 없었다. DMF 용액과 혼합한 MoS_2 의 경우 [그림 3.2]과 같이 용액과 혼합한 이후부터 시간이 지남에 따라서 입자의 크기와

모양이 변화하는 것을 확인할 수 있다. 각 용액에서의 라만 분광법을 통해 분석한 결과는 [그림 3.3]과 [그림 3.4]에 나타냈다. DI water와 혼합하여 코팅한 MoS₂의 경우 라만 분광법을 통한 MoS₂ 라만 스펙트럼의 모양, 세기, 피크 간격은 시간 경과에 상관없이 일정한 모습을 보였다. DMF 용액과 혼합한 MoS₂의 경우 라만 스펙트럼의 피크 간격은 큰 변화가 없었지만 원자의 수평 방향 진동 세기를 의미하는 380 cm⁻¹ 영역에서 세기가 감소하는 것을 확인했다. 본 연구에서는 DMF와 MoS₂의 구체적인 화학 작용에 대한 연구는 진행되지 않았으며 추가 연구를 통해 확인할 수 있다. 코팅되는 MoS₂의 입자 구조는 H₂O와 MoS₂의 상호작용에 따른 MoS₂의 감쇄 계수 k의 변화량과 관계가 있다. 따라서 본 연구에서 MoS₂ 입자 구조와 크기에 따른 습도 변화에 대한 반응도 차이를 측정하기 위해 [그림 3.5]와 같이 실험을 구성하였다. 실험에 사용된 표본은 Slide Glass 위에 준비된 용액을 떨어뜨린 후 자연 건조하여 제작하였다. 입력된 광 신호는 1528-1603 nm의 파장대역을 가진 광대역 광원을 사용하였다. 입력 광 세기는 10 mW로 설정하였으며, 두 개의 Collimator를 통해 MoS₂에 대한 광 흡수율을 측정하였다. 실험 결과와 관련된 내용은 [그림 3.6]에 나타냈다. 해당 그래프는 DMF Solution과 DI water와 각각 혼합된 MoS₂의 시간 경과에 따른 수분에 대한 반응도 차이를 나타낸다. 실험 결과 DI water와 혼합한 MoS₂ 샘플의 경우 시간이 경과해도 습도 변화에 대한 반응도 차이에 큰 변화가 없는 것을 확인했다. DMF solution과 혼합한 MoS₂ 샘플의 경우 용액 제작 직후인 0일차 샘플이 가장 습도 변화에 대한 반응도가 큰 것으로 나타났다. 또한 해당 샘플은 시간 경과에 따라 반응도가 감소하는 것을 확인하였으며, 최종적으로 14일이 지난 후 제작된 샘플은 DI water와 혼합하여 제작한 MoS₂ 샘플과 비교하여, 큰 차이가 없는 것을 확인할 수 있었다. 최종적으로 DMF solution과 혼합된 직후인 0일차 용액이 사용되었다.

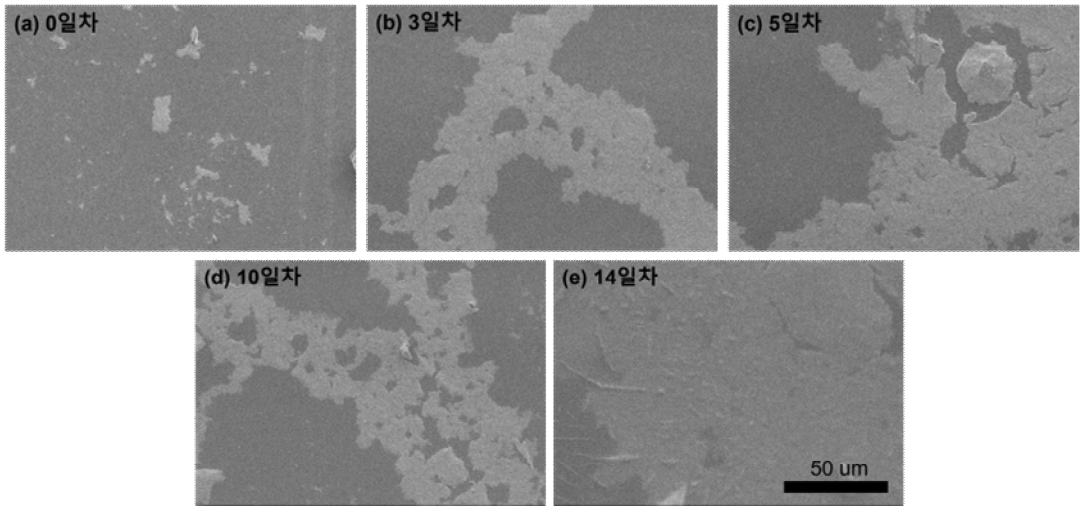


그림 3.1 MoS₂ with Di Water 용액의 교반 후 시간 경과에 따른 입자의 SEM 이미지

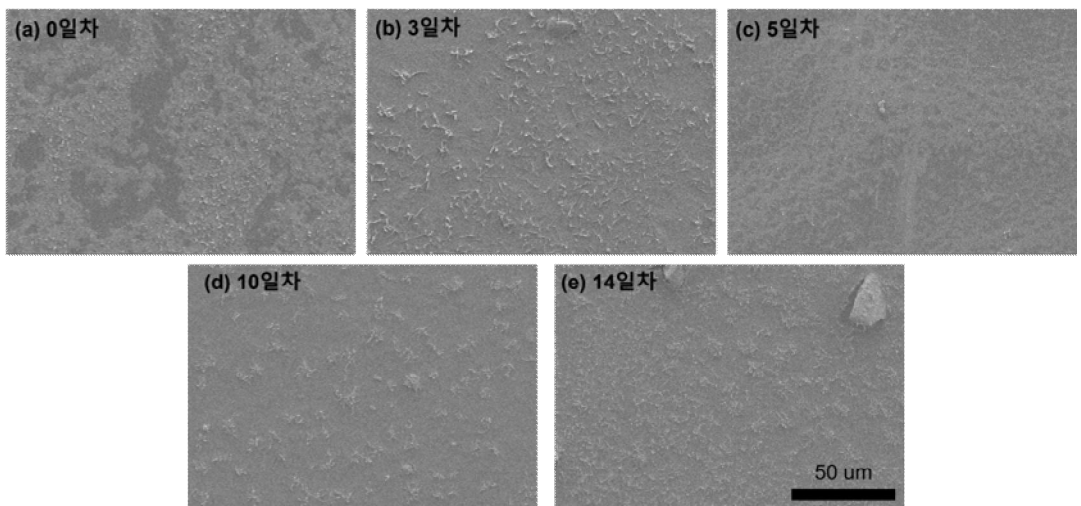


그림 3.2 MoS₂ with DMF 용액의 교반 후 시간 경과에 따른 입자의 SEM 이미지

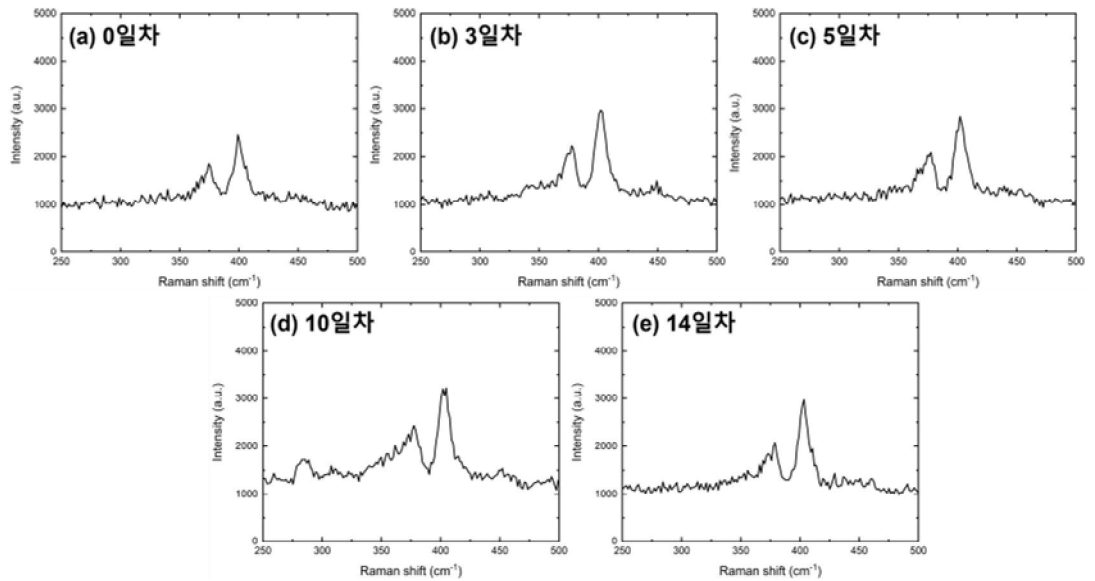


그림 3.3 MoS₂ with Di Water 용액의 라만 분광법 분석결과 그래프

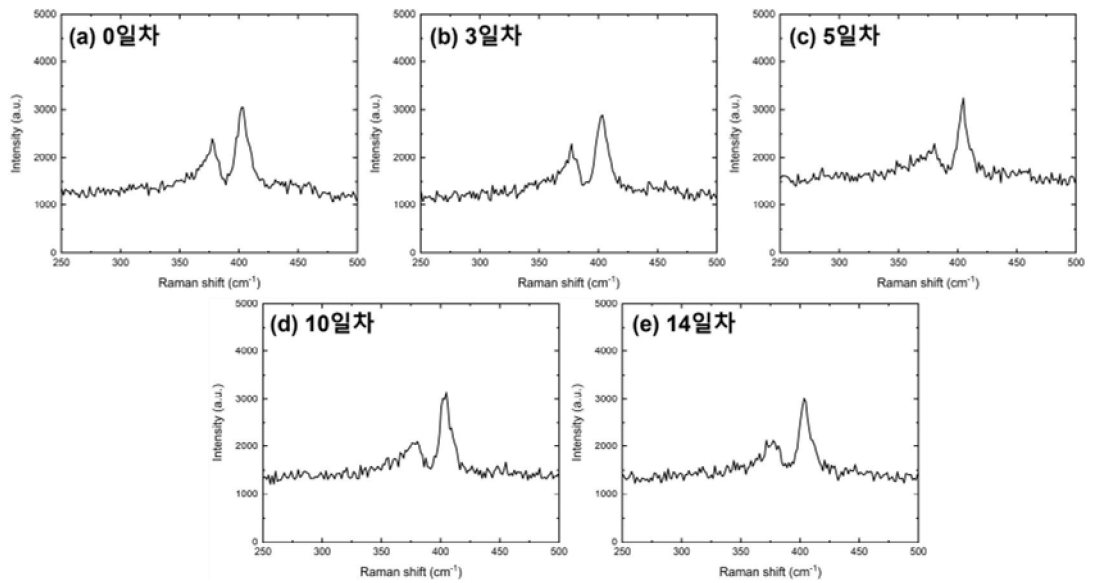


그림 3.4 MoS₂ with DMF 용액의 라만 분광법 분석결과 그래프

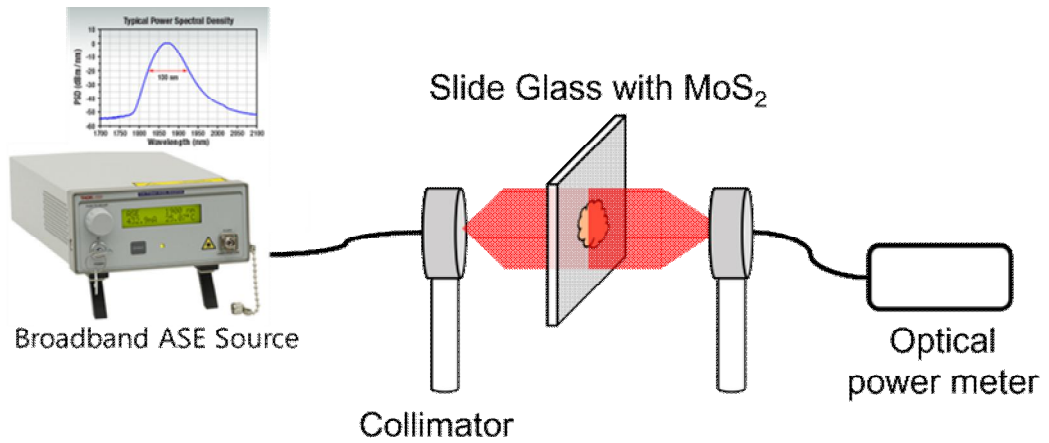


그림 3.5 일차별 MoS₂ 코팅 용액의 광학적 특성 변화 측정 실험 구성도

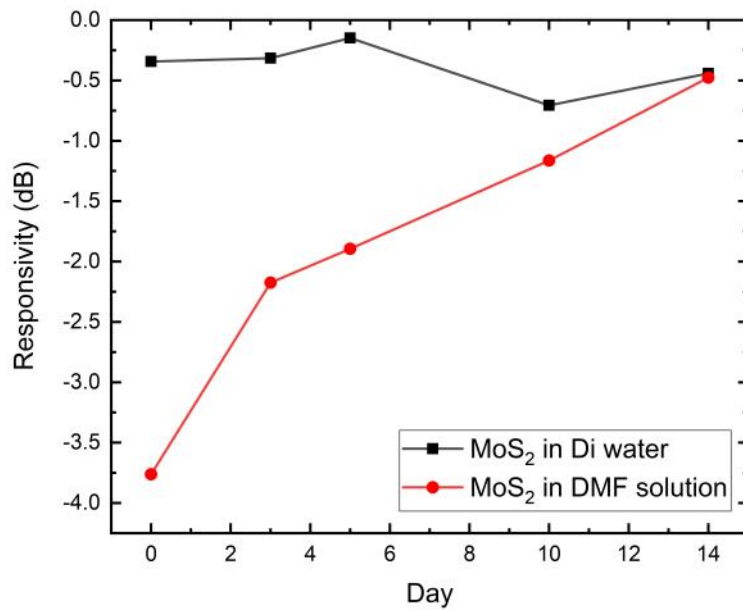


그림 3.6 MoS₂ 코팅용 용액 교반 후 시간 경과에 따른 반응도 변화

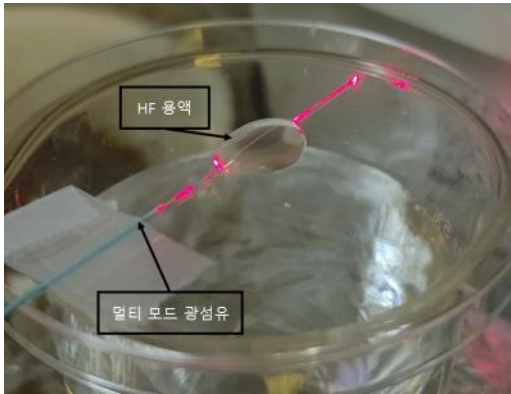
2. 습도 센서 제작 구조 및 재료

본 연구에서 사용된 광섬유는 멀티 모드 광섬유를 사용하였다. 해당 광섬유의 코어 직경은 약 50 μm 이고 클래드 직경은 약 125 μm 이다. 본 연구에서는 광섬유의 민감도 향상을 위해서 식각 과정을 추가하였다. 기존에 연구된 자료에 따르면 클래드 영역이 식각 되어 두께가 얇을수록 굴절률 변화와 같은 외부 자극에 높은 민감도를 보였다.^[51] 실험에서 멀티 모드 광섬유의 클래드 영역을 최소한으로 남기기 위해 다양한 조건에서 식각을 진행하였다. 실험 환경은 기온은 약 26°C에서 진행하였으며, 광섬유는 불화수소산(HF)과 DI water를 1:1 비율로 혼합한 용액을 사용하여 식각하였다. 식각 시간에 따른 클래드의 두께 변화는 기존에 연구된 내용을 바탕으로 진행하였다.^[52-53] 해당 연구에서는 진행된 실험에 따르면 농도 100%의 HF 용액과 약 22 °C의 식각 환경에서는 0.867 $\mu\text{m}/\text{min}$ 식각 효율을 가졌으며 본 연구에서는 50% 농도의 용액을 사용해, 이를 반영하여 [그림 3.7]의 (a)와 같이 식각 용액을 광섬유에 떨어뜨려 3시간 30분간 노출했다. 식각 과정 실험실의 기온은 약 26°C로 유지되었으며, 식각된 광섬유의 두께는 약 50 μm 로 [그림 3.7]의 (b)와 같이 식각되었으며, 식각된 광섬유의 길이는 약 1 cm이다. 사용된 MoS_2 는 [표 3.1]과 같은 구성으로 조건에 따라서 A 타입과 B 타입으로 구분하여 사용하였다. A 타입 MoS_2 는 $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 0.15 g, CH_3CSNH_2 0.3 g을 200 °C에서 24시간 동안 합성을 진행했다. 그 후 DI Water 50 ml와 혼합한 후 원심 분리를 통해 최종적으로 MoS_2 를 합성하였다. 합성된 A 타입 MoS_2 의 입자 구조는 [그림 3.8(a)]에 나타났다. B 타입 MoS_2 는 $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 0.363 g, CH_3CSNH_2 0.33 g을 200 °C에서 24시간 동안 합성을 진행했다. 그 후 DI Water 50 ml와 혼합하여 원심 분리를 통해 B 타입 MoS_2 를 합성하였다. 합성된 B 타입 MoS_2 의 입자 구조는 [그림 3.8(b)]에 나타났다. B 타입 MoS_2 는 A 타입 MoS_2 의 입자 특성에 변화를 주어 습도 변화에 대한 반응도를 개선한 타입이다. 따라서 본 연구에서 사용된 MoS_2 타입은 B 타입을 사용하였으며, 성능 비교를 위해 A 타입 MoS_2 로 제작된 센서의 성능 비교는 제4장에서 다루었다. 합성된 MoS_2 는 DMF Solution과 혼합한 후 30분동안 교반 하여 광섬유 코팅을 진행하였다.

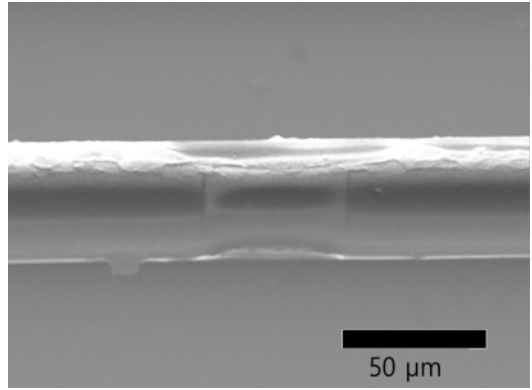
[그림 3.9]은 성장된 MoS_2 를 일반 유리에 코팅하여 확인한 광학 이미지와 SEM 이미지이다. 광섬유에 MoS_2 를 성장하기 위해 제작된 MoS_2 용액을 DMF 용액과

1:10 비율로 혼합하여 사용하였다. [그림 3.10]와 같이 식각된 광섬유를 패트리 접시에 고정하고, 혼합된 MoS_2 +DMF 용액에 30분간 노출시켰다. 시간이 지남에 따라 DMF 성분은 빠르게 기화하여 공기 중으로 날아가게 된다. 최종적으로 MoS_2 입자가 식각 광섬유 표면에 달라붙으면서 센서가 제작된다. [그림 3.11]는 제작된 센서의 SEM 이미지이다. 식각 광섬유 표면에 작은 입자들이 달라붙어 있는 것을 확인할 수 있다.

MoS_2 의 입자가 층 구조로 성장했음을 확인하는 방법은 라만 분광법 분석이 있다. 먼저 수열합성법을 이용한 MoS_2 의 라만 스펙트럼을 확인하였다. 분석한 결과 [그림 3.12(a)]에서 MoS_2 에 의한 신호가 확인되었다. 다음으로 광섬유 표면에 코팅된 입자를 라만 분광법을 통해 분석을 진행하였다. [그림 3.12(b)]는 분석결과 그래프이다. 해당 결과를 통해 광섬유 표면에 MoS_2 입자가 코팅되었음을 확인할 수 있다. 습도 센서의 전체적인 구성도는 [그림 3.13]과 같다. 습도를 감지하는 방법은 식각 광섬유 습도센서의 센서 부가 공기 중의 H_2O 분자와 반 데르 발스 힘으로 인해 인력이 작용하여 MoS_2 입자 표면에 흡착되고 동시에 발생하는 MoS_2 의 광학적 특성 변화로 인한 센서의 출력 광 세기 변화를 모니터링하여 측정하는 방식이다.

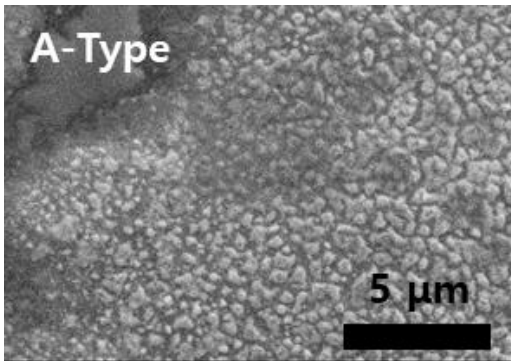


(a) 불화수소산에 식각 중인 멀티모드 광섬유

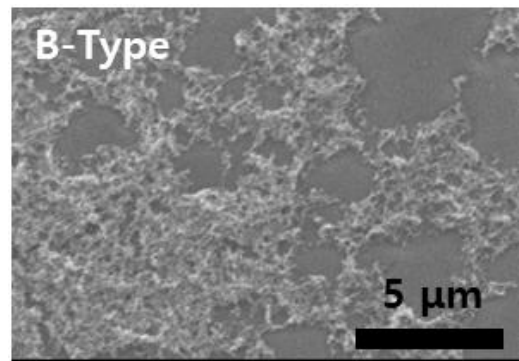


(b) 식각된 광섬유의 SEM 이미지

그림 3.7 식각 광섬유 이미지



(a) A 타입 MoS₂ 입자 구조



(b) B 타입 MoS₂ 입자 구조

그림 3.8 합성 조건에 따른 MoS₂ 입자 구조 차이

성장 재료	A 타입	B 타입
$\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	0.15 g	0.363 g
CH_3CSNH_2	0.3 g	0.33 g
DI Water	50 mL	50 mL

표 3.1 MoS_2 성장에 사용된 재료

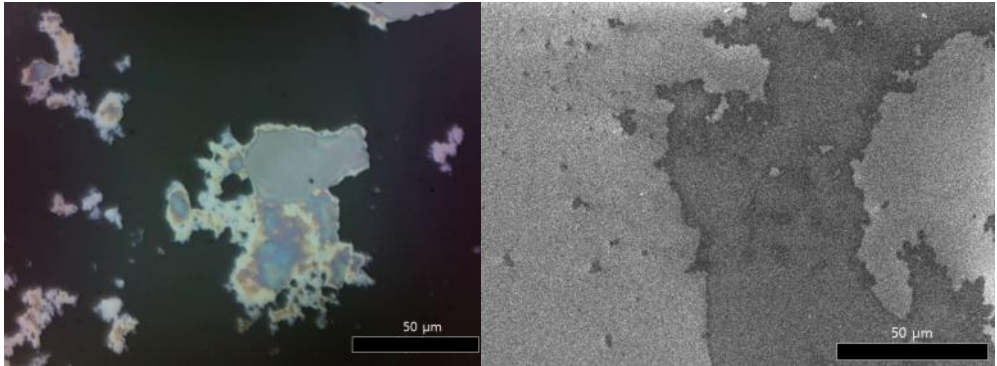


그림 3.9 성장된 B 타입 MoS₂의 광학 이미지 및 SEM 이미지

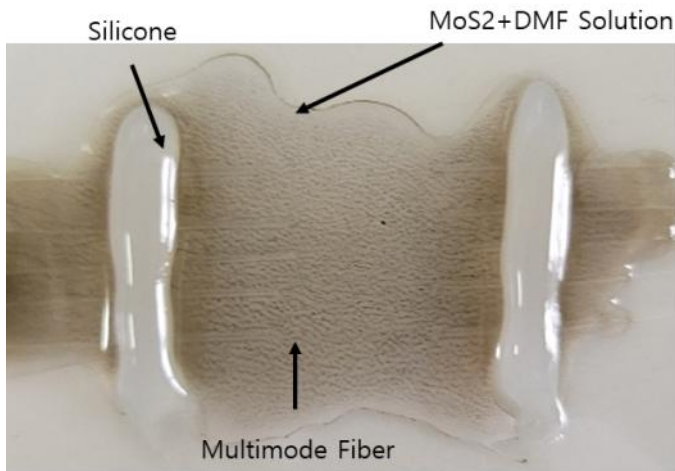


그림 3.10 MoS₂+DMF 용액에 노출 중인 시각 광섬유

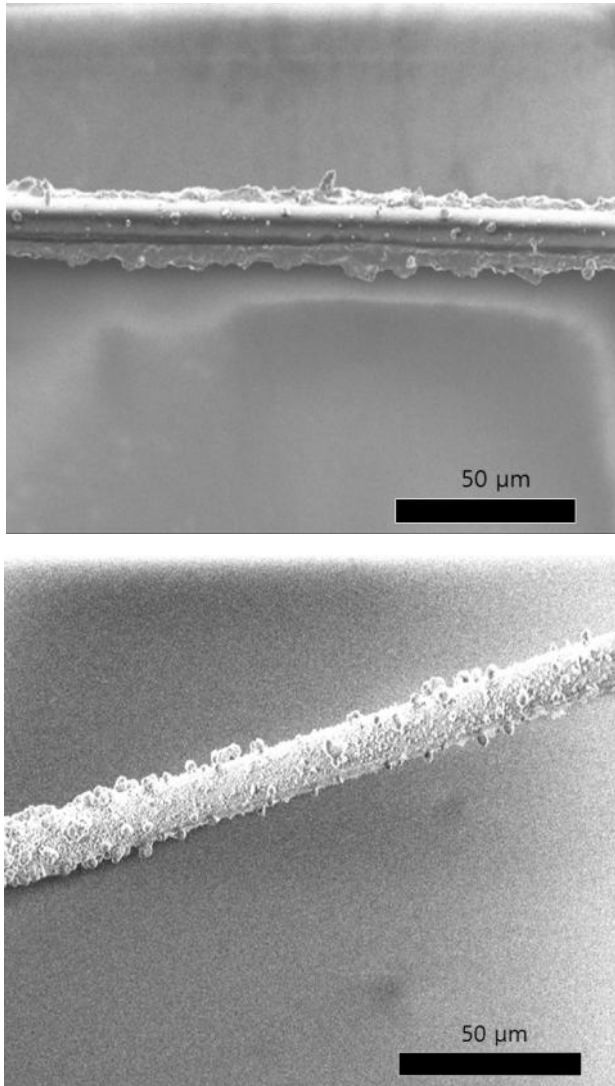
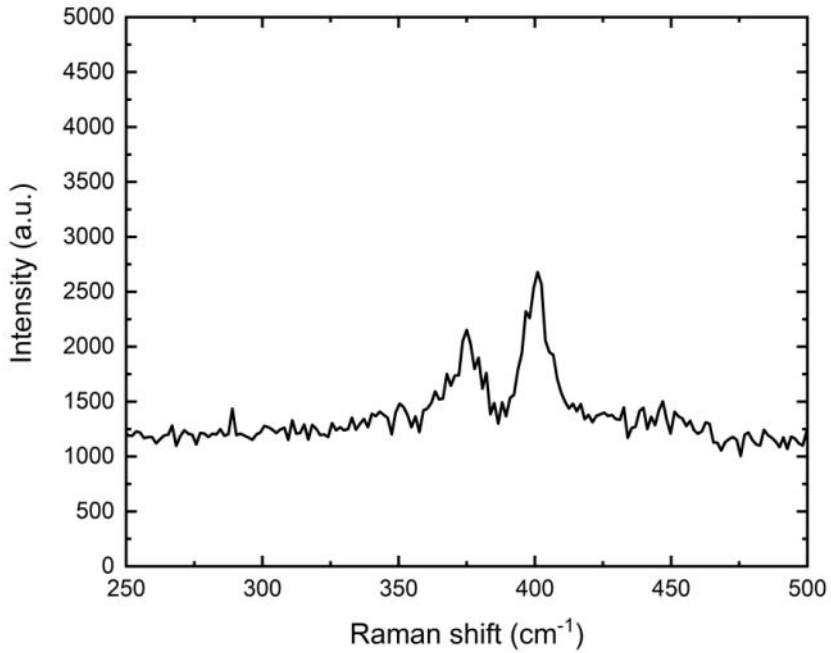
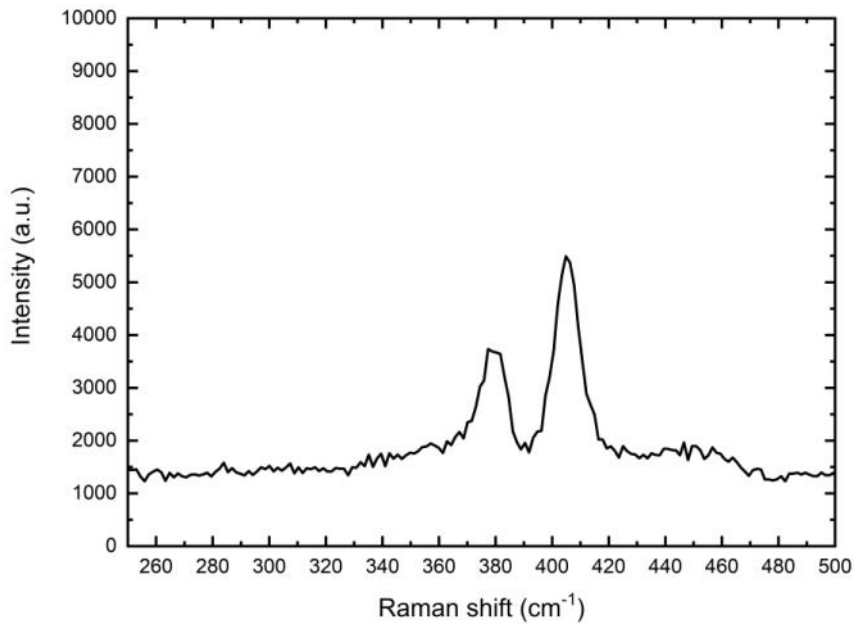


그림 3.11 MoS₂+DMF 용액에 코팅된 식각 광섬유의 SEM 이미지



(a) 성장된 MoS₂



(b) 식각 광섬유에 코팅된 MoS₂

그림 3.12 라만 분광법 측정 결과 그래프

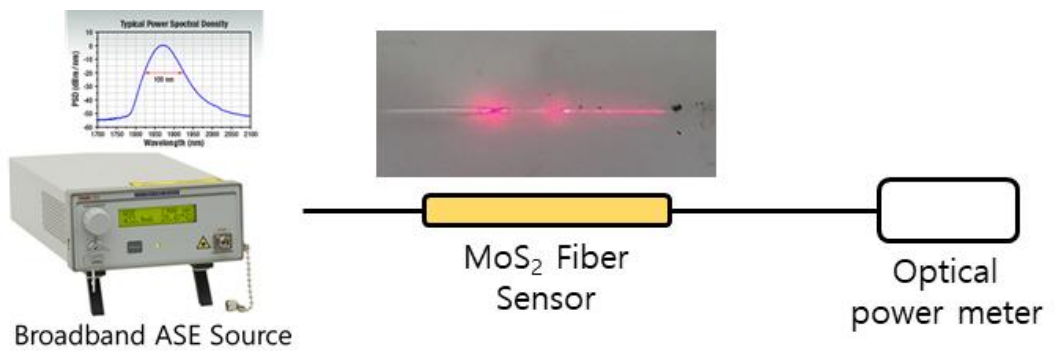


그림 3.13 MoS₂가 코팅된 식각 광섬유 기반 센서 구성도

3. MoS₂가 코팅된 광섬유 센서의 광학적 특성 변화

광섬유는 식각, MoS₂ 코팅 과정을 통해서 광학적 특성이 변화한다. 본 연구에서 사용된 MoS₂ 습도센서의 광학적 특성 변화는 센서를 제작하는 각 과정에서 광학 특성을 측정하며 측정되었다. 일반 멀티 모드 광섬유 상태에서 삽입 손실을 측정한 후 식각과정, MoS₂ 코팅 과정 등 센서 제작과정이 진행됨에 따라서 광학적 특성을 측정 및 비교하였다. 각 광학적 특성을 측정한 실험은 기온이 약 19.4 °C, 습도는 약 32%의 환경에서 진행되었다. 광학 특성 측정에 사용된 광원은 1525 nm부터 1600 nm까지 파장대역을 가진 광대역 광원(소스 내용)을 사용하였으며 자세한 사양은 [그림 3.14]와 [표 3.2]에 나타났다. 광원 안정화를 위해 광원 사용 시 전원을 켜고 약 10분의 시간이 흐른 뒤에 광원의 광 세기가 안정화되면 실험에 사용되었다. 사용된 광 세기 측정 장비는 Optical Power meter(PM100D, Thorlabs Inc.)와 Sensor(S155C, Thorlabs Inc.)를 사용하였다. 측정 프로그램은 Thorlabs사에서 제공하는 전용 소프트웨어를 사용하였다. 자세한 시스템 사양은 [그림 3.15]과 [표 3.3]에 나타났다. Power meter의 측정 파장 대역은 1550nm, 측정 파장 밴드 폭은 약 1nm이다. 측정 방식은 광대역 파장 광원을 이용하여 광 신호를 출력하고 제작된 샘플을 연결하여 최종적으로 광 신호 세기를 측정하였다. 광 신호 세기는 온도, 습도 변화가 없는 환경에서 총 5분간 측정되었으며, 측정된 세기의 평균값을 계산하여 사용하였다. 광대역 광원의 출력 광 세기는 10 mW로 설정하였다. 일반 멀티 모드 광섬유로 삽입 손실을 측정한 결과, 측정된 광 세기는 9.98 mW으로, 약 -0.04 dB의 광 손실률을 보였다. 다음으로 두께 약 50 μm로 식각된 광섬유의 삽입 손실을 측정하였다. 식각된 멀티 모드 광섬유의 출력 광 세기를 측정한 결과 약 545.36 μW로 -12.636 dB의 손실률을 보였다. MoS₂가 코팅된 식각 광섬유의 경우 출력 광 세기가 약 306.35 μW로 -15.137 dB의 손실률을 가졌다.



그림 3.14 광대역 광원 패키지 이미지

Parameter	Value
Wavelength Range	1528 – 1603 nm
Spectral flatness	3 dB @25°C
Output Power	1 – 50 mW
Power Stability	±0.02 – ±0.05

표 3.2 광대역 광원의 시스템 사양



(a) Power meter (PM100D, Thorlabs)



(b) Sensor (S115C, Thorlabs)



(c) Control program

그림 3.15 Optical Power meter 이미지

Parameter	Value
Detector Type	InGaAs photodiode
Wavelength range	800 – 1700 nm
Optical power working range	1 nW – 20 mW (-60 dBm~+13 dBm)
Max average power density	10 W/cm ²
Linearity	± 0.5%
Resolution	100 pW (-70 dBm)
Response time	< 1 μs

표 3.3 S115C - Thorlabs의 시스템 사양

4. 호흡 시 발생한 습도 변화에 대한 광학적 특성 변화

인간의 호흡 활동에서 발생하는 공기는 100%에 가까운 습도를 가진다. 광섬유 센서의 호흡에 대한 노출은 습도 변화에 대한 반응을 간접적으로 확인할 수 있는 실험 방식이다. 호흡 실험을 진행하는 방식은 2초간 숨을 들이마신 후, 날숨을 쉬어 2초간 광섬유 센서에 노출시켰다. 센서와의 거리는 약 15 cm를 유지하였으며, 실험 환경에서 온도는 약 19°C, 습도는 31%의 환경을 유지하며 진행하였다.

[그림 3.16]는 식각된 광섬유의 호흡에 대한 출력 광 세기를 측정된 그래프이다. 기본 출력 광 세기를 기준으로 호흡 시 약 0.05 dB의 광 출력 세기가 증가하였다. 광섬유는 온도 -30.0 °C에서 가장 큰 손실률을 보이고 온도가 상승함에 따라서 최대 60°C에서 최저손실률을 갖는다.^[54] 실험 당시 실제 광섬유의 온도는 기온과 비교하면 좀 더 낮은 상태로서 호흡으로 인한 열 발생이 광섬유의 손실률을 감소시키는 결과로 이어졌다. 광섬유의 자체 손실률이 감소하면서 제작된 센서의 출력 광 세기가 증가하는 결과로 이어졌다. 다음으로 MoS₂를 코팅한 후 광섬유 센서의 호흡에 대한 반응을 실험하여 측정하였다. 실험방법은 기존에 식각 광섬유를 통한 호흡 반응 실험과 동일하게 진행되었으며, 실험 당시 기온과 습도는 동일하였다. 실험 결과는 [그림 3.1017]의 그래프와 같이 나타났다. 호흡 시 광섬유 센서의 출력 광 세기는 최대 -0.5 dB 정도의 손실을 보였으며 코팅 전 호흡 시 출력 광 세기가 상승하던 반응과는 상반된 결과가 보였다. 호흡에 대해 광 세기 변화의 반응 속도는 약 0.85초였으며, 반응 후 다시 본래 광 세기로 회복하는데 걸리는 시간은 약 5.82초였다. 호흡 실험에서 호흡하는 시간, 세기, 센서와의 간격에 따라서 매우 다른 반응도를 보였다. 해당 실험을 통해 호흡에 의한 MoS₂의 광학적 특성이 변화하여 광섬유 센서의 출력 광 세기가 영향을 받은 것을 확인했다. 하지만 인간의 호흡에는 높은 습도뿐만 아니라, 다양한 성분의 기체, 바람에 의한 압력 등 다양한 물리량 변화가 발생한다. 따라서 본 연구에서는 온습도 제어 챔버를 통해 제한된 환경에서 온도와 습도의 변화만을 통해 MoS₂ 습도센서의 습도 변화에 대한 반응 측정 실험을 진행하였다.

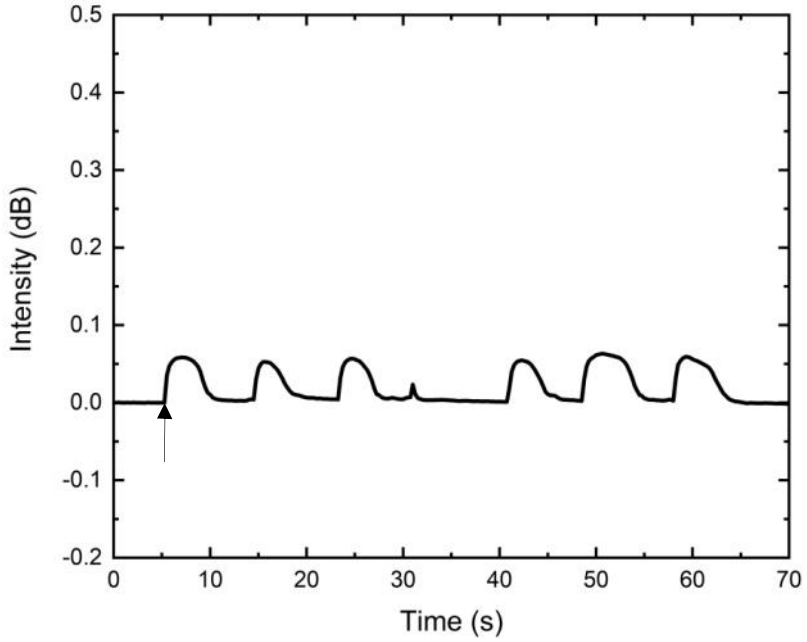


그림 3.16 코팅되지 않은 식각 광섬유의 호흡에 대한 반응 결과 그래프
 (화살표: 호흡 시점)

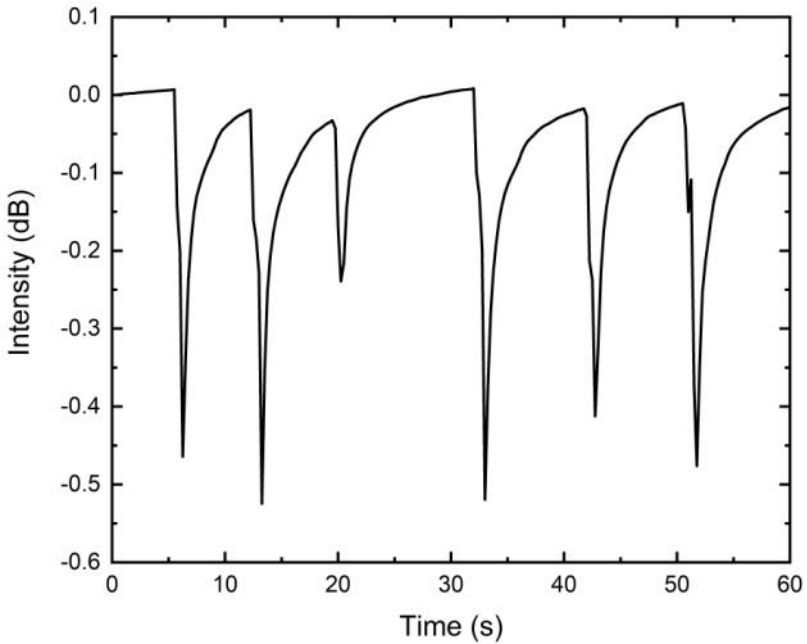


그림 3.17 MoS₂가 코팅된 식각 광섬유의 호흡에 대한 반응 결과 그래프

5. 습도 챔버를 이용한 습도 변화 반응 실험

제작된 MoS_2 기반 식각 광섬유 센서의 습도 변화에 대한 반응을 확인하기 위해 온습도 제어 챔버(SE-600-6-6, Thermotron)를 이용한 실험을 진행했으며, 자세한 시스템 사양은 [그림 3.18]과 [표 3.4]에 나타냈다. 온습도 제어 챔버 실험을 통해 외부 환경 변인을 최대한 통제된 후 습도, 온도 변화를 주어 그에 따른 광학적 특성 변화를 확인했다. 실험에 사용된 광원은 기존실험에 사용된 광대역광원을 사용하였으며, 입력 광 세기는 10 mW로 설정하였다. [그림 3.19]은 온습도 제어 챔버를 이용한 개략적인 실험 구성도를 보여준다. 습도 변화에 따른 반응 실험의 경우 온도를 40 °C으로 고정하여 습도를 40%에서 80%까지 제어하였으며 5% 단위로 5분간 상태를 유지하여 안정화한 후 측정을 진행하였다. 실험에 사용된 챔버는 습도 제어 능력의 한계로 인해 습도 제어 시 $\pm 2.5\%$ 의 오차가 발생했다. 온도 변화에 따른 반응 실험의 경우 온도를 25°C에서 80°C까지 변화를 주어 실험을 진행하였다. 제작된 센서는 챔버 내부 중앙에 위치하여 진행하였다.

실험 결과는 센서의 출력 광 세기 변화 흐름이 챔버의 내부 습도 변화에 따라서 변화하는 것을 확인하였다. [그림 3.20]은 실험 결과를 나타낸 그래프이다. 초록색 그래프는 제작된 센서의 출력 광 세기 분포를 시간에 따라 나타낸 그래프이다. 파란색 그래프는 습도 챔버 자체에서 측정된 습도 챔버 내부의 습도 변화를 나타낸다. 빨간색 그래프는 습도 챔버 자체에서 측정된 습도 챔버 내부의 온도 변화를 나타낸다. 해당 실험에서 습도가 80%일 때 광 세기를 기준으로 습도가 40%로 낮아졌을 때 광 세기가 최대 0.126 dB까지 상승하는 것을 확인하였다. 습도 챔버의 습도 제어 능력이 한계로 인해 일부 습도 변화 구간에서 급격한 습도 변화를 일으키는 현상이 발생했다. 제작된 습도센서의 경우 그러한 습도 챔버의 습도 변화에도 출력 광 세기가 같은 습도 변화 경향을 보임으로써 높은 반응 속도를 보였다. [그림 3.21]는 [그림 3.20]의 실험 결과를 가지고 습도 챔버 내부 습도 변화에 따른 MoS_2 식각 광섬유 습도센서의 출력 광 세기 분포 그래프를 나타낸다. 습도가 상승할 때 광섬유 센서의 출력 광 세기 변화와 습도가 하강할 때 출력 광 세기 변화를 비교하였다. 결과에 따르면 출력 광 세기의 변화량이 낮은 습도의 습도 변화 구간에 비해서 높은 습도의 습도 변화 구간에서 더 높은 변화율을 보였다. 이는 제2장에서 언급한 감쇄 계수 k 와 관련된 것으로, 정공 캐리어 농도가 높아짐에 따라서

감쇄 계수 k 가 더 높은 증가율을 가진다. 해당 결과에서도 높은 습도에 대해서 출력 광 세기 변화율이 더 높은 것으로 보인다. 습도가 상승할 때와 하강할 때는 동일한 광 세기를 가져, 제작된 MoS_2 식각 광섬유 습도센서는 습도 변화에 대해 가역적인 반응을 보이는 것으로 확인되었다.

제작된 센서의 습도를 측정하는 방식은 절대습도 측정 방식이다. 하지만 대부분의 습도센서는 상대습도를 측정하고 표기하는 방식을 따른다. 기존에 주로 사용된 정전용량 및 전기 저항 측정 방식의 습도센서 또한 절대습도 측정 방식이다. 하지만 자체적으로 내장된 온도 센서를 이용하여 온도를 측정하고, 측정된 온도 데이터를 가지고 상대습도를 계산하는 방식으로 상대습도를 측정한다. 따라서 본 연구에서는 광섬유 기반 시스템에서 온도 센서로 주로 사용되는 광섬유 격자(Fiber Bragg Grating; FBG)를 사용하여 온도와 습도를 동시에 측정 가능한 시스템을 제안한다. 사용된 FBG는 SJ photonics Inc.의 제품을 사용하였으며, 중심 파장 1550 nm이며 자세한 사양은 [표 3.5]에 나타났다. 제안하는 시스템은 [그림 3.22]과 같이 구성하였다. 실험 구조에 따르면 MoS_2 습도센서를 통과한 광 신호는 습도 센서로 인하여 출력 광 세기에 변화가 발생한다. 그 후 측정 환경의 온도에 따라, FBG에 의해서 특정 파장에서 반사가 일어난다. 반사된 광 신호는 MoS_2 습도 센서를 다시 한번 경험하게 되는데, 이 과정에서 습도센서의 반응도가 증폭되는 결과를 가져온다. 온, 습도 측정 시스템을 실험하기 위해 먼저 FBG의 온도 변화에 따른 중심 파장을 측정하기 위해 온습도 챔버를 이용하여 25°C에서 60°C까지 온도를 조절하여 스펙트럼을 측정하였다. 측정된 결과를 통해 추후 습도 제어 실험에서 측정된 스펙트럼의 중심 파장에 따라서 측정 환경에서의 온도를 계산할 수 있다. 측정에 사용된 장비는 Optical Sspectrum Analyer(OSA, MS9780A, Anritsu)를 사용하였으며 구체적인 시스템 사양은 [표 3.6]와 [그림 3.23]에 나타났다.

실험 결과 사용된 FBG는 25°C에서 60°C까지 0.01299 nm/°C로 변화했다 [그림 3.24-25]. 실험을 통해 측정된 온도 변화에 따른 중심 파장 변화는 챔버 내부의 온도 변화뿐만 아니라 챔버가 가동되며 발생하는 진동에 대한 변화도 감지한다. 따라서 챔버의 진동에 대한 변화를 보정 해야 하지만 실험 구조의 한계로 인해 보정 과정은 생략하여 실험이 진행되었다. 다음으로 [그림 3.22]과 같은 구성으로 온도, 습도 변화에 대한 반응 실험을 진행했다. 측정 방식은 OSA를 통해 스펙트럼을 측정했다. 온도 변화는 설정하지 않았으며, 이를 통해서 습도 변화에 따라서 일정하게 챔버의 온도가 변화하게 된다. 습도는 30 %RH에서 90 %RH까지 변화하여 측정

하였다. 습도 변화 측정 결과 30 %RH에서 90 %RH까지 비선형적으로 출력 광 세기가 감소하였다 [그림 3.26-27]. 측정된 결과는 낮은 습도 구간에서 더 높은 변화율을 보였다. 측정된 광 세기는 FBG를 통해 반사된 광 신호 스펙트럼의 광 세기가 가장 높은 지점을 기준으로 하였다. 기존의 MoS₂ Coated 식각 광섬유의 출력 광 신호 세기를 측정한 결과와 반응성이 다른 이유는 광섬유를 통해 전달되는 신호의 파장에 따라 습도 변화에 대한 손실률 변화량이 다르기 때문이다. 감쇄 계수 k 를 계산하는 과정에서 사용된 MoS₂의 ϵ_1 와 ϵ_2 는 1550nm 파장을 기준으로 계산되었다. 하지만 사용된 파장에 따라서 ϵ_1 와 ϵ_2 값이 변화하고 그 과정에서 감쇄 계수 k 또한 변화하게 된다. 또한 식각 광섬유만을 사용한 실험에서는 사용된 Power meter의 측정 파장 폭이 스펙트럼의 중심 파장의 광 세기 측정 방식에 비해서 넓으므로 습도 변화에 대한 반응 경향이 다른 것으로 보인다.

습도 챔버의 온도 변화를 통한 내부 습도 변화를 측정하였다. 온도는 25°C에서 60°C까지 5°C씩 온도를 상승하여 각 온도 구간에서 5분씩 안정화 후 측정되었다. 온도 변화 측정 결과로는 25°C부터 60°C까지 중심 파장이 선형적으로 변화하였으며, 그에 따른 습도 변화량도 확인할 수 있다[그림 3.28].



(a) 외관 이미지



(b) 내부 이미지

그림 3.18 Thermotron사의 SE-600-6-6 이미지

Parameter	Value
Workspae Volume	586 L
Temperature uniformity	± 0.5 °C (± 0.9 °F)
Temperature range	-70 °C to 180 °C (-94 °F to 356 °F)
Temperature control tolerance	0.3 °C (0.5 °F)
Humidity range	10 to 98% RH
Humidity control	$\pm 2.5\%$ RH

표 3.4 Thermotron사의 SE-600-6-6의 시스템 사양

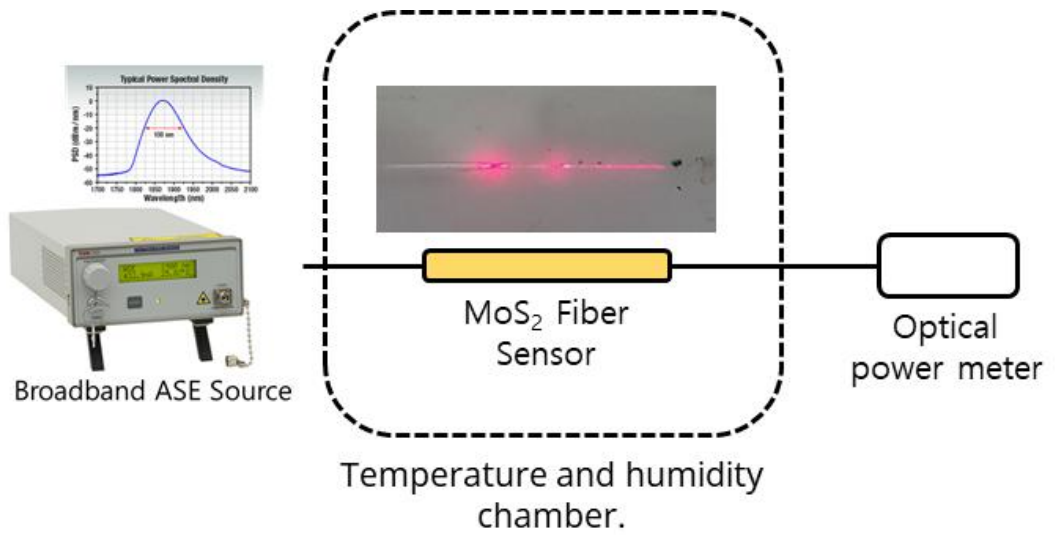


그림 3.19 온습도 챔버 실험 구성도

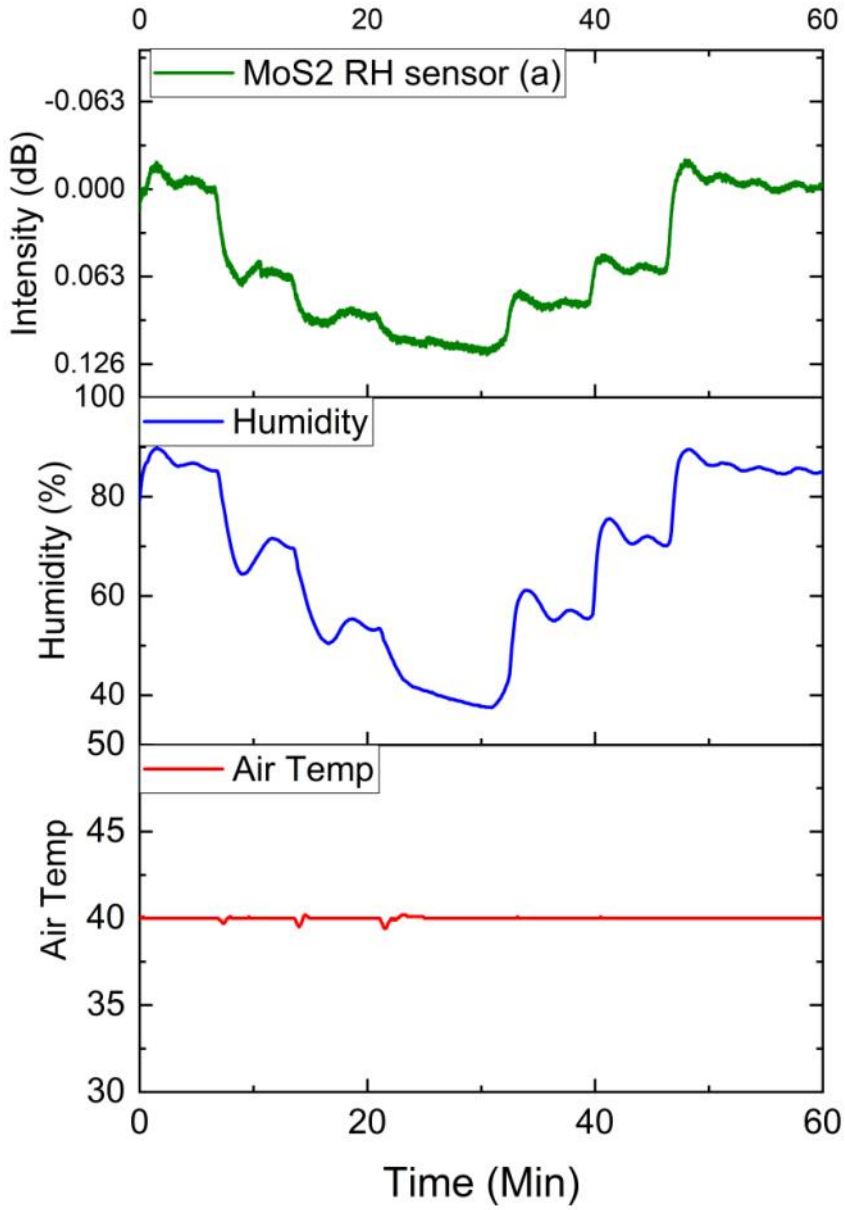


그림 3.20 식각 광섬유 습도센서의 온습도 챔버 실험 결과 그래프

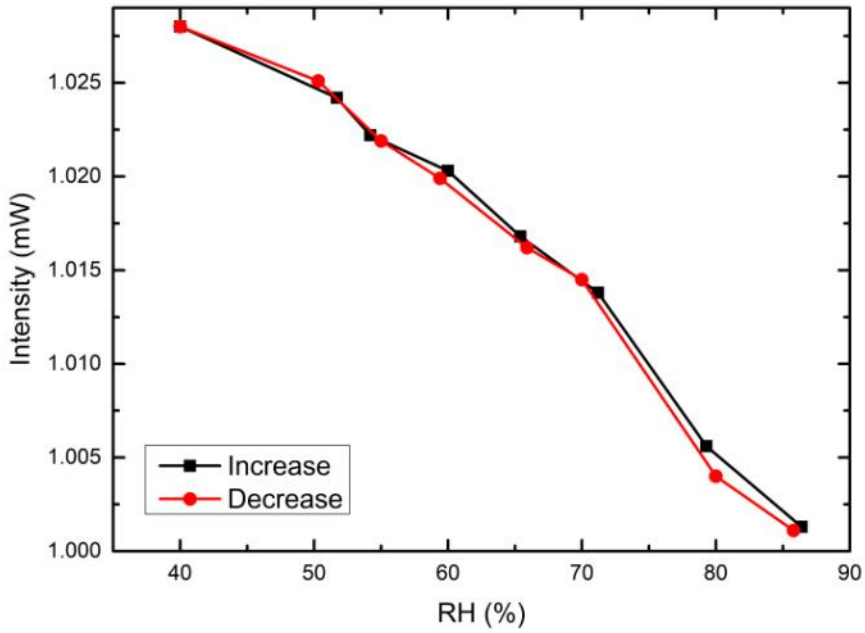


그림 3.21 식각 광섬유 습도센서의 습도에 따른 광 세기 변화 결과 그래프

Parameter	Value
Center Wavelength	1550nm
Reflectivity [dB]	> 10
Bandwidth	0.15 - 0.20 nm
FBG length [mm]	10

표 3.5 SJ Photonis Inc. FBG의 시스템 사양

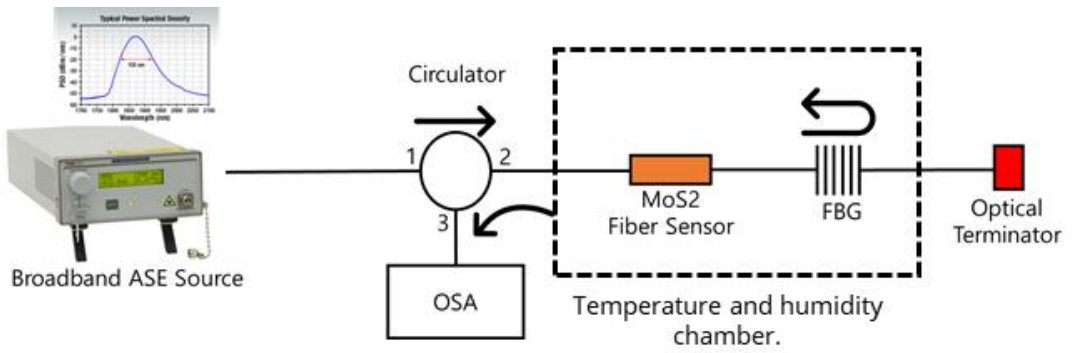


그림 3.22 FBG를 활용한 온습도 챔버 실험 구성도



그림 3.23 MS9780A - Anritsu Inc.

Parameter	Value
Wavelength Range	600 - 1750 nm
Sweep width	0, 0.2 - 1200nm
Accuracy	±0.3 nm (600 - 1750) ±0.05-0.1 nm (1550 ±20nm)
Stability	±5 pm (1 minute)
Resolution	0.07, 0.1, 0.2, 0.5, 1.0 nm
Resolution Accuracy	±30% (1300/1550 nm, Res:0.1nm)

표 3.6 MS9780A - Anritsu Inc.의 시스템 사양

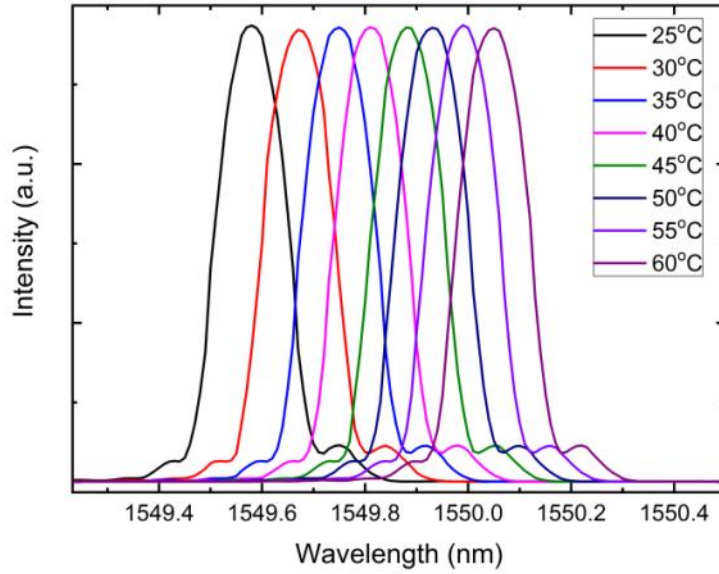


그림 3.24 FBG의 온도에 따른 중심 파장 변화 결과 그래프

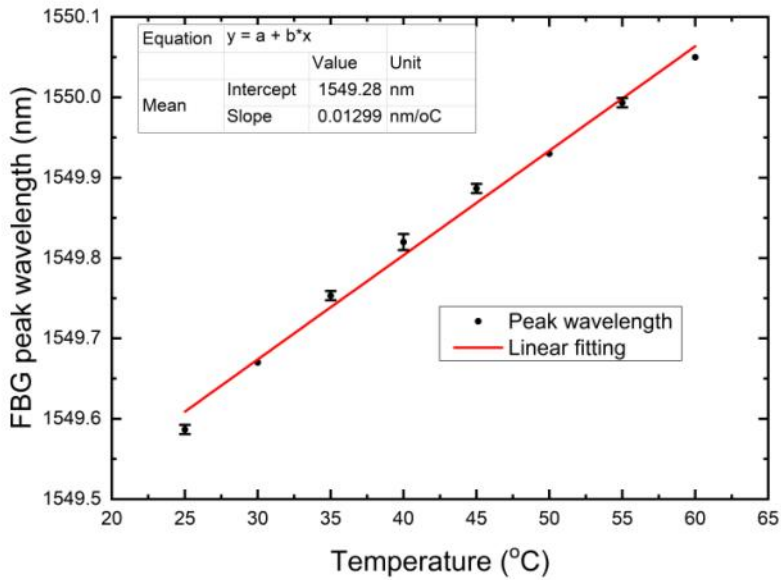


그림 3.25 FBG의 온도에 따른 중심 파장 변화 결과 그래프

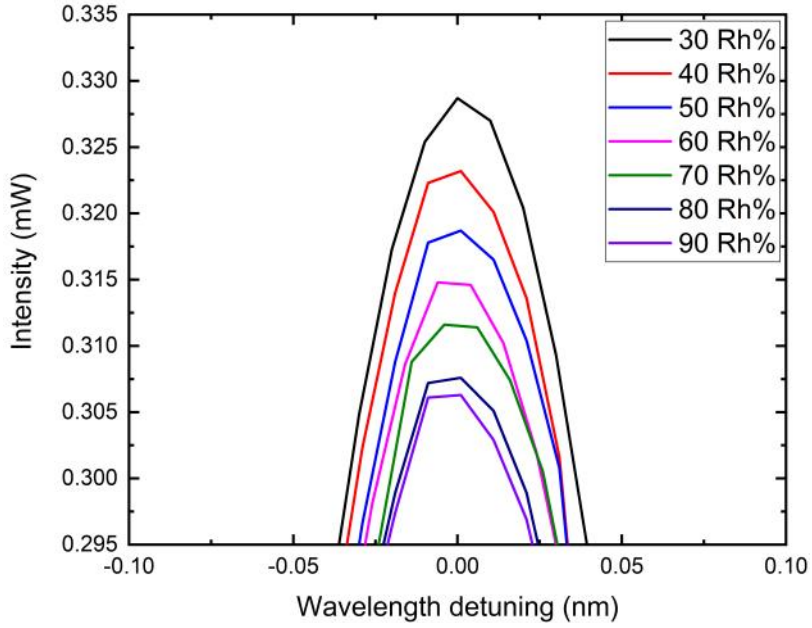


그림 3.26 광섬유 습도센서의 습도 변화에 따른 스펙트럼 변화 결과 그래프

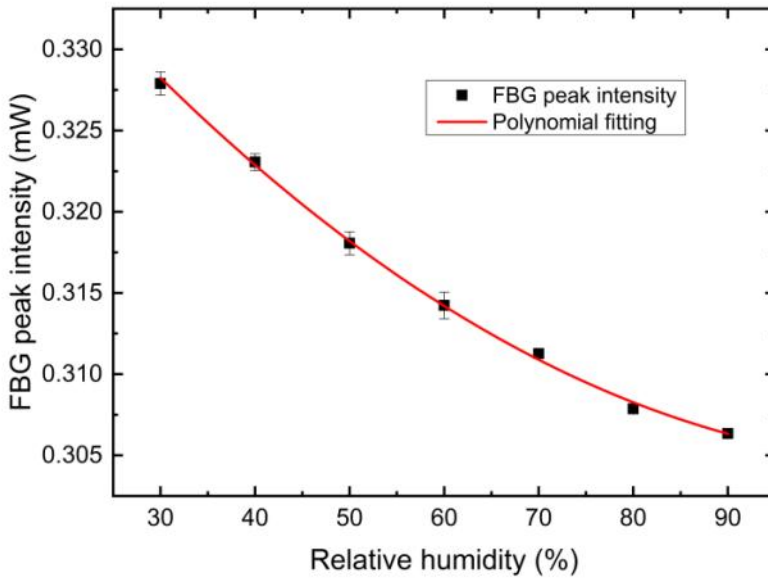


그림 3.27 광섬유 습도센서의 습도 변화에 따른 스펙트럼 변화 결과 그래프

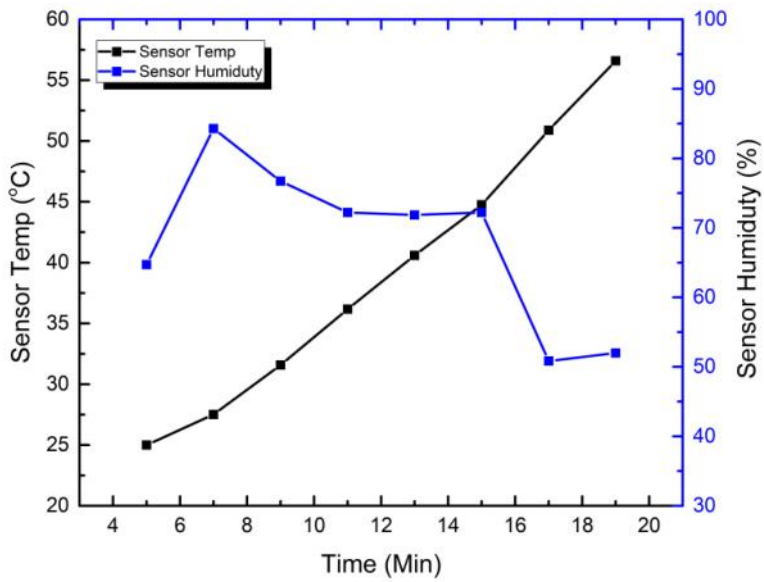


그림 3.28 광섬유 습도센서의 온도 변화에 따른 중심 파장 및 광 세기 측정 결과 그래프

제2절 측면 연마 광섬유(SPF) 기반 습도센서

1. 습도센서 제작 구조 및 재료

기존의 선행 연구의 낮은 재현성 및 내구성을 개선하기 위해 멀티 모드 광섬유를 식각해서 사용하였다. 하지만 멀티 모드 광섬유를 사용하더라도 일반적인 광섬유는 그 두께가 약 125 μm 로 매우 얇은 특징을 가지고 있기 때문에 재현성 및 내구성 부분에서 개선에 한계가 명확하다. 또한, 광섬유에 반응성 물질을 코팅하여 사용하기에는 낮은 내구성으로 인해 코팅 방법에 어려움이 따른다. 이러한 단점을 보완하기 위해 측면 연마 광섬유(Side Polishing Fiber:SPF)를 사용하였다. SPF는 [그림 3.29]과 같이 광섬유에 곡률을 주고 Quartz block 등에 고정한 후, 표면을 연마하여 제작하였다.^[55] 측면 연마가 진행된 SPF는 연마된 클래드 일부가 광섬유-다중모드 평면도파로 결합기로서 작용한다. 본 연구에서는 MoS_2 입자층이 평면도파로의 도파층 역할을 하게 된다. SPF에서 극히 일부만 남게 된 클래드가 광섬유 내부 신호가 전달되는 모드 필드의 영향권 내에 있어 클래드 층의 광학적 특성 변화는 곧 SPF의 출력 광 신호 세기의 변형으로 이어진다. SPF는 광섬유가 Quartz block 내부에 보호되고, 정규화된 생산 공정으로 인해 높은 재현성과 내구성을 갖는다. SPF 습도센서는 반응성 물질을 SPF 표면에 코팅하고 물리적 변화를 주어 SPF의 광신호의 손실을 변화를 유도하여 제작한다. 습도 감지 방법은 SPF 표면에 코팅된 MoS_2 가 수분에 의해 광학적 특성이 변화하게 되고, 이때 발생한 SPF의 광학적 특성 변화를 감지하여 센서로 작용한다[그림 3.30]^[56]. 실험에서 사용된 SPF는 KS Photonics Inc.의 Side Polished Fiber 제품을 사용하였다. 사용된 SPF의 노출된 광섬유 부분의 길이는 20 mm이다. 해당 소자들의 자세한 사양은 [표 3.6]에 나타났다. SPF의 사양 지표 중에서 Polishing depth는 매칭 오일을 사용했을 때 발생하는 광 손실 수치로서 MoS_2 에 의한 광 손실률을 간접적으로 확인 가능한 요소이다. MoS_2 코팅은 제1절과 마찬가지로 MoS_2 용액과 DMF 용액을 1:10 비율로 혼합한 용액을 SPF 위에 떨어뜨린 후 하루 정도 자연 건조하여 제작하였다. [그림 3.31]은 제작된 MoS_2 Coated SPF 습도센서 이미지이다.

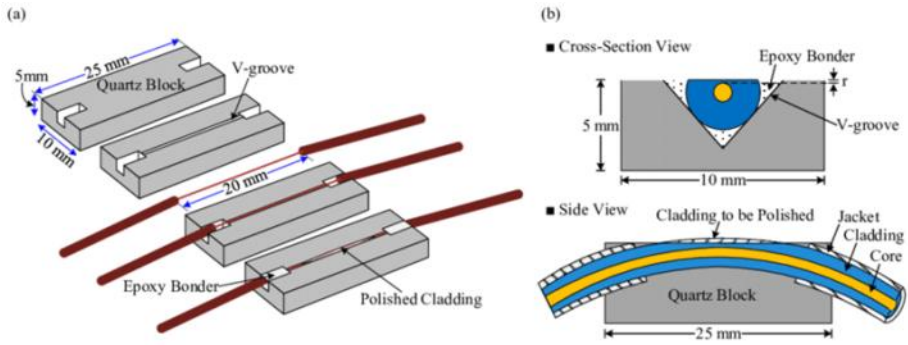


그림 3.29 측면 연마 광섬유 구성도

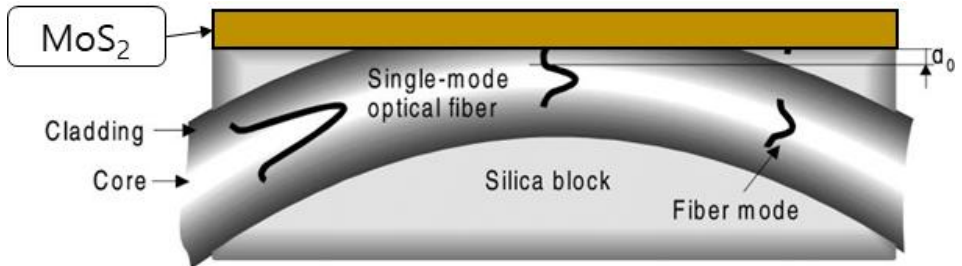


그림 3.30 측면 연마 광섬유와 MoS₂의 상호작용^[57]

Parameter	Value
Polishing depth (dB)	60±2dB
Operation wavelength (nm)	1550nm
Insertion loss (dB)	< 0.5
Block dimension	5 x 10 x 45 mm
Radius of curvature	100 cm

표 3.7 SPF - KS Photonics Inc.의 제품 사양

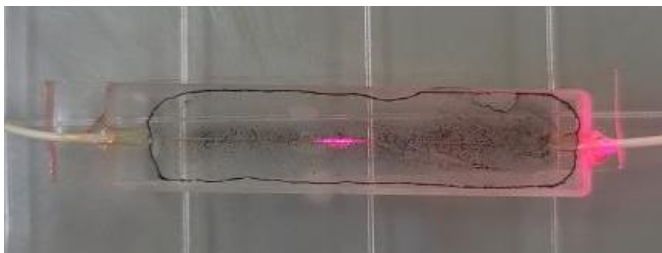


그림 3.31 MoS₂-coated SPF humidity sensor

2. MoS₂가 코팅된 SPF의 특성 변화 및 호흡 반응 실험

SPF는 MoS₂가 코팅되는 과정에서 광학적 특성이 변화한다. 본 연구에서 사용된 SPF의 MoS₂ 코팅 여부에 따른 광학적 특성을 측정하였다. 실험 방식은 SPF를 MoS₂에 코팅하기 전 삽입 손실 및 습도 변화에 대한 반응 등을 측정한 후 MoS₂ 코팅을 진행하여 재측정하는 방식으로 진행하였다. 실험 환경은 온도 약 9.4 °C, 습도는 약 32%의 환경에서 진행되었다. 사용된 광원은 제1절에서 사용된 광대역 광원 및 Optical power meter를 사용하였다. 호흡 반응 실험에서 Optical power meter의 샘플링 간격은 0.25 s로 설정하여 측정하였다. 광대역 광원의 출력 광 세기는 10 mW로 설정하였으며, 광원의 안정화를 위해 광원 사용 시 전원을 켜고 약 10분의 시간이 흐른 뒤에 광원의 광 세기가 안정화되면 실험을 진행하였다. 일반 광섬유를 통한 광대역 광원의 실제 측정 광 세기는 9.98 mW로 약 -0.04 dB의 광 손실률을 보였다. SPF를 통해 광대역 광원의 출력 광 세기를 측정한 결과 약 8.76~8.75 mW로 약 -0.574에서 -0.8496 dB의 손실률을 보였다. MoS₂가 코팅된 SPF의 경우 출력 광 세기가 약 8.223 mW로 -0.8496 dB의 손실률을 보였다.

다음으로 MoS₂를 코팅한 SPF의 호흡에 대한 광 특성 변화를 측정하였다. 호흡 실험을 진행하는 방식은 제1절과 마찬가지로 2초간 숨을 들이마신 후, 날숨을 쉬어 2초간 광섬유 센서에 노출시켰다. 센서와의 거리는 약 15cm를 유지하였으며, 실험 환경에서 온도는 약 18°C, 습도는 34%의 환경을 유지하며 진행하였다. [그림 3.32]는 코팅되지 않은 SPF의 호흡에 대한 출력 광 세기 변화를 측정한 그래프이다. 기본 출력 광 세기를 기준으로 호흡 시 일부 변화를 측정할 수 있었다. 해당 변화는 호흡 노출 시 SPF 표면에서 급격한 온도 차와 높은 습도로 인해 물방울이 생성되어 영향을 받은 것으로 보인다. MoS₂가 코팅된 SPF의 실험 결과는 [그림 3.33]와 같다. 호흡에 대한 노출 반응 시간은 약 1 s이다. 회복시간은 약 3 s이다. 코팅된 SPF의 경우 광 신호가 회복되는 중간에 회복 속도가 급격하게 느려지는 구간이 관찰되었다. 이러한 특성은 호흡 시 발생한 SPF 표면의 물방울들이 SPF의 넓은 대면적으로 인해 증발속도가 느려지면서 발생한 현상으로 보인다. MoS₂ Coated SPF의 경우 시각 광섬유와 비교하면 반응도가 떨어지는 경향이 있다. SPF의 경우 시각 광섬유보다 MoS₂에 코팅되는 대면적이 좁아 상대적으로 반응성이 떨어지지만, 패키징 난이도가 낮으며, 시각 광섬유에 비해서 내구성 또한 높다.

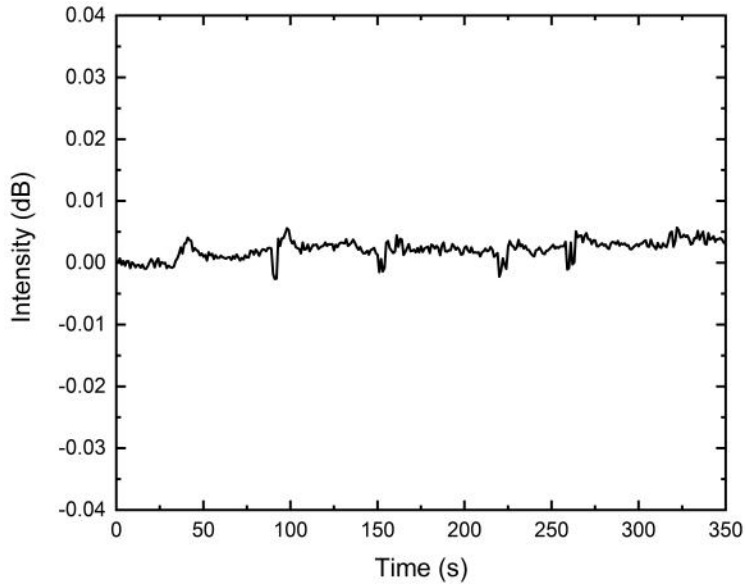


그림 3.32 코팅되지 않은 SPF의 호흡에 대한 반응 결과 그래프

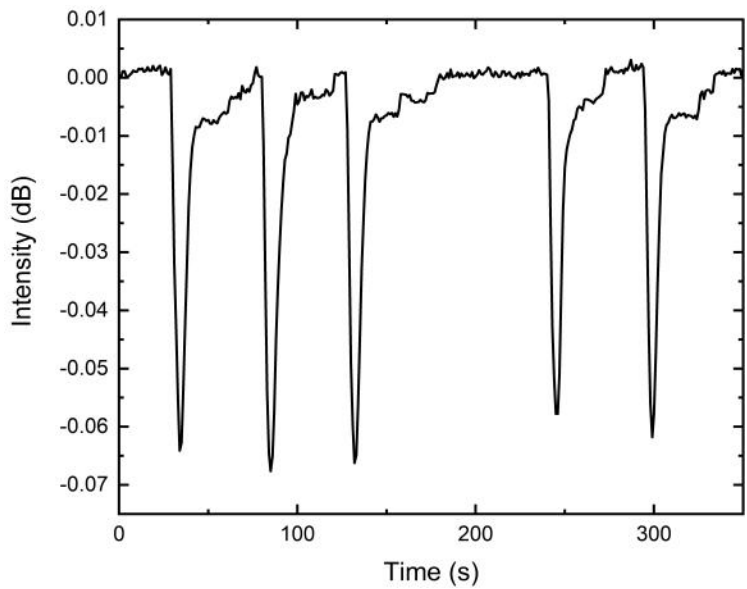


그림 3.33 MoS₂ Coated SPF의 호흡에 대한 반응 결과 그래프

3. 습도 챔버를 이용한 습도 변화 반응 실험

MoS₂가 코팅된 SPF의 습도 변화에 따른 광학적 특성을 정확하게 실험하기 위해 서 온습도 제어 챔버를 이용해 실험을 진행했다. 사용된 온습도 제어 챔버는 제1절에서 사용된 챔버와 동일한 제품을 사용하였다. 온습도 제어 챔버 실험을 통해 외부 환경 변인을 최대한 통제된 후 습도, 온도에 변화를 주어 그에 따른 MoS₂가 코팅된 SPF 습도센서의 광학적 특성 변화를 확인했다. 실험에 사용된 광원은 기존에 사용된 광대역 광원과 동일한 제품을 사용하였으며, 입력 광 세기는 10 mW로 설정하였다. [그림 3.34]는 온습도 제어 챔버를 이용한 [그림 3.34]는 온습도 제어 챔버를 이용한 MoS₂ Coated SPF의 습도에 따른 광학적 특성 변화 측정 실험 개략도이다. SPF 습도센서는 챔버 내부 중앙에 위치하여 실험을 진행하였다. 습도 변화에 따른 반응 실험의 경우 온도를 40°C로 고정하여 습도를 40 %에서 85 %까지 제어하였으며 5 % 단위로 5분간 상태를 유지하여 안정화한 후 측정을 진행하였다. 실험에 사용된 챔버는 습도 제어 능력의 한계로 인해 약 ±2.5%의 오차가 발생했다. 먼저 MoS₂를 코팅하지 않은 상태에서 SPF의 습도 변화에 따른 광 세기 변화율을 측정하였다. 실험 결과 MoS₂가 코팅되지 않은 SPF는 40-85% 습도 변화에 대해 최대 약 0.0241 dB의 반응도를 보였다. 습도가 상승할수록 미약하지만 출력 광 세기가 하락하는 경향을 보였으며, 이는 습도 챔버 내부에서 습도가 변화하는 과정에서 발생하는 진동, 열, 미세 물방울 등에 의해 발생했다. MoS₂가 코팅된 SPF 습도센서의 경우 습도가 상승함에 따라서 출력 광 세기가 감소하는 결과를 보였다. 또한, 높은 습도 구간에서 제1절의 식각 광섬유 기반 습도센서와 마찬가지로 높은 변화율을 보였다. 하지만 기존의 식각 광섬유 기반 습도센서의 경우 최대 0.1 dB의 반응도를 보였지만, SPF 습도센서의 경우 최대 0.025 dB의 반응도를 보였다. 이는 SPF의 MoS₂와 상호작용하기 위한 노출부가 식각 광섬유에 비해서 매우 좁아 발생한 현상이다. 추가 연구를 통해 넓은 노출부 면적을 가진 SPF를 사용하면 이러한 반응도를 개선할 수 있다.

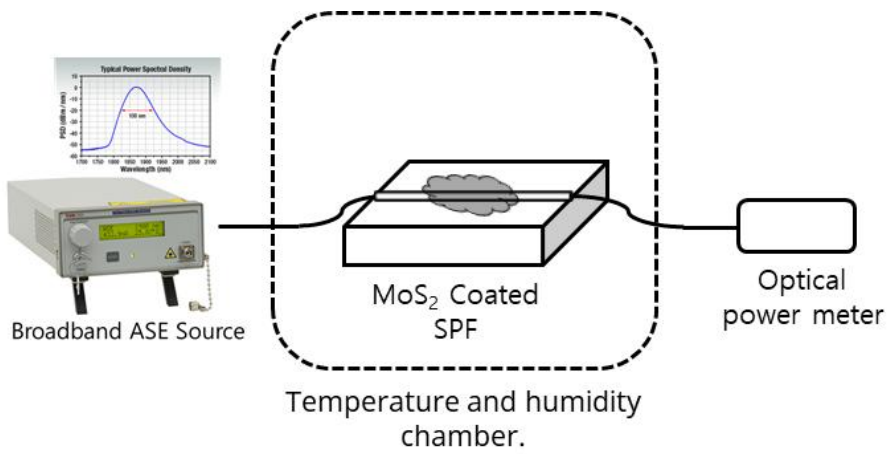
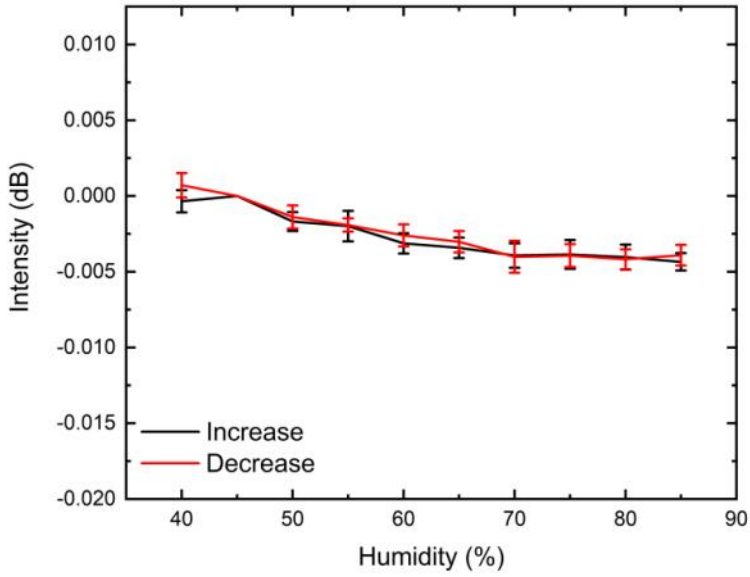
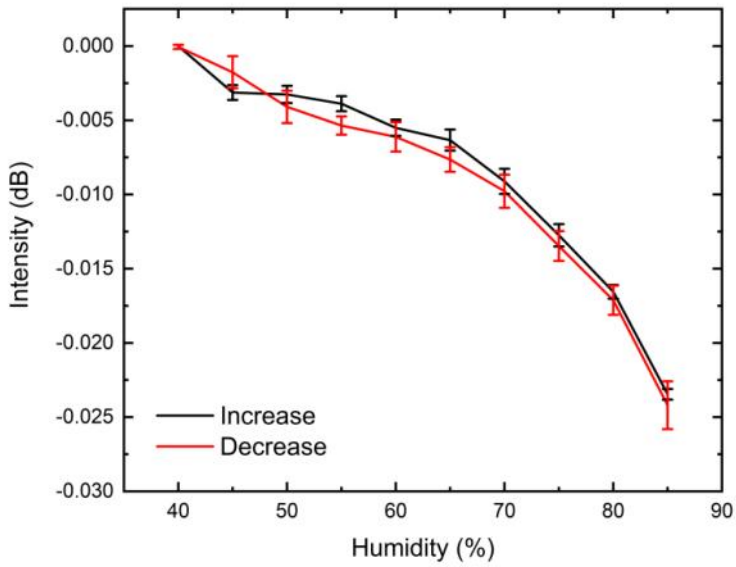


그림 3.34 MoS₂ Coated SPF의 온습도 챔버의 습도 제어 실험 구성도



(a) Without MoS₂ coating



(b) With MoS₂ coating

그림 3.35 SPF의 온습도 챔버의 습도 제어에 의한 손실률 변화 그래프

제4장 논의

제1절 호흡 반응 지수

제작된 광섬유 기반 호흡 센서들의 성능 지표로서 습도 반응 지수 (α)를 계산하였다. [식 4.1]은 센서의 회복 속도에 대해 시간에 따른 광 세기 수치 변화의 상관관계를 나타낸다. 해당 식을 통해서 각 센서의 호흡 반응에 대한 출력 광 세기 변화를 Fitting 했다.

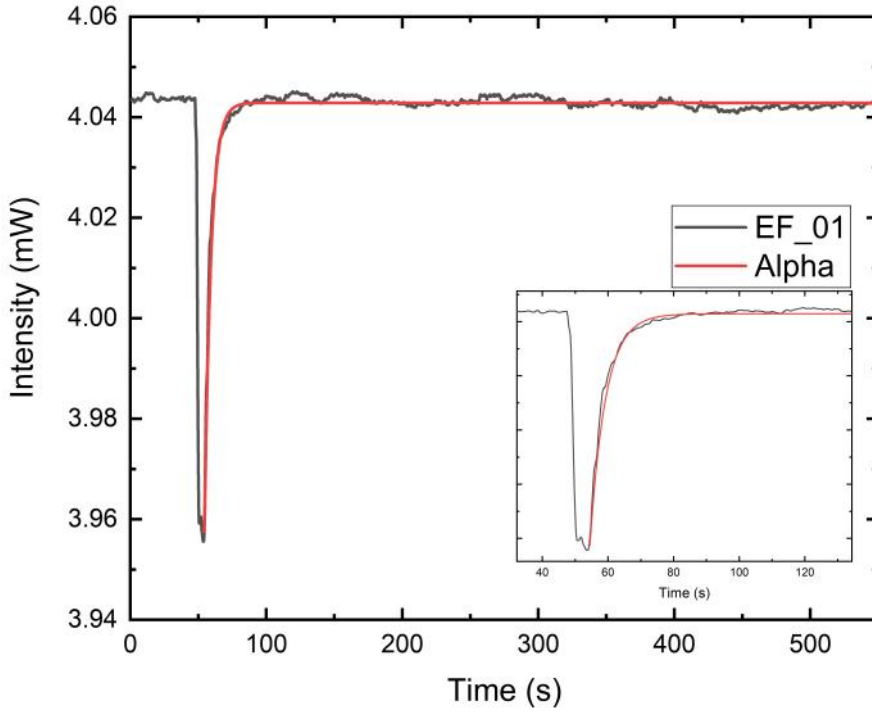
$$y = y_0 + A_1 e^{-\alpha x} \quad (4.1)$$

호흡 반응 지수는 호흡 반응이 끝나고 다시 출력 광 세기가 회복되기까지의 변화율을 수치화한 값이다. 호흡 반응 지수가 높을수록 해당 센서의 호흡에 대한 민감도, 회복 속도 성능이 우수하다고 볼 수 있으며, 추후 연구 과정에 참고자료로 사용될 수 있다. 본 연구에서는 총 2가지로 제작된 센서들을 비교하였으며 각 센서에 대한 정보는 [표 4.1]과 같다. [그림 4.1(a)]는 식각 광섬유 센서의 호흡 반응에 대한 호흡 반응 지수를 표현했다. 식각 광섬유 센서의 경우 호흡 반응에 대해 약 0.85 초의 반응 시간이 걸렸으며, 회복까지 2.95초가량 소요됐다. 호흡 반응 지수의 경우 0.32714의 값을 가졌다. 측면 식각 광섬유의 경우 두 가지 센서를 제작하였다. 첫 번째는 본 연구에서 주로 사용된, MoS₂ 타입 B와 성장 조건을 변경하여 MoS₂의 입자 크기, 모양이 다른 타입 A 두 가지 재료를 가지고 센서를 제작하여 실험하였다. MoS₂ 타입 B를 가지고 제작된 센서의 경우 호흡 반응 시간이 0.7초가량 소요되었으며, 회복 속도는 3.212초가량 소요되었다. 호흡 반응 지수는 0.2293로 식각 광섬유 센서와 비교하면 약간 낮은 값을 보였다. A 타입 MoS₂ 센서의 경우 반응 속도는 약 0.7초 기존의 B 타입 MoS₂와 비슷한 성능을 보였다. 하지만 반응도가 0.07 dB로 낮은 반응도를 보였다. 회복 속도 또한 약 5.421초로 더 느린 회복 속도를 보였으며, 호흡 반응 지수 α 는 0.2098 값을 가졌다.

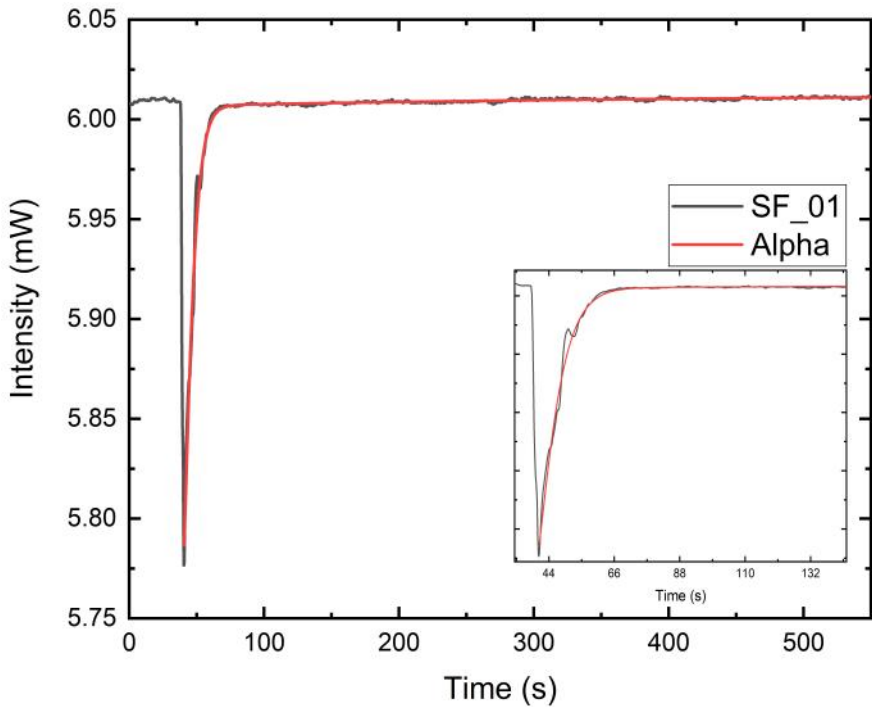
호흡 반응 지수 α 를 계산함으로써 제작된 센서들의 호흡에 대한 성능 지표를 정량화하였다. 향후 지속적인 연구를 통해 호흡 반응 지수를 개선하는 방향으로 연구를 진행할 계획이다.

Sample	Configuration	Sensitivity	Rising Time (s)	α (1/s)
EF_01	Etched Fiber	> 0.5 dB	2.952	0.32714
SF_02	Side Polishing Fiber with MoS ₂ type A	> 0.07 dB	5.421	0.2098
SF_01	Side Polishing Fiber with MoS ₂ type B	> 0.14 dB	3.212	0.2293

표 4.1 사용된 센서의 성능 지표



(a) 식각 광섬유 습도센서의 호흡 반응 지수



(b) SPF 습도센서의 호흡 반응 지수

그림 4.1 제작된 센서들의 호흡 반응 및 호흡 반응 지수

제2절 선행 연구 비교

본 연구를 통해서 식각 광섬유 기반 습도센서와 측면 연마 광섬유 기반 습도센서 두 가지를 연구 및 개발하였다. 선행 연구를 통해 진행된 여러 광섬유 기반 습도센서와 성능 지표를 비교하고 개선점을 확인했다. 식각 광섬유 기반 습도센서의 경우 40-90 %의 습도 변화에 대해 출력 광 세기 변화를 확인했다. 실험에 사용된 습도 챔버의 기능 한계로 인해 제한된 습도 환경에서 실험을 진행하였으나, 더 넓은 범위의 제어가 가능한 습도 챔버에서의 실험을 통해 측정 가능한 습도 범위를 확장할 수 있을 것으로 보인다. [표 4.1]을 통해 기존에 선행 연구로 진행된 여러 종류의 광섬유 기반 습도센서와 본 연구에서 제작된 센서 중에서 출력 세기를 측정하는 방식의 센서들과 비교를 진행하였다. 기초 선행 연구인 MoS₂ 기반 단일 모드 식각 광섬유 습도센서와 비교하여 본 연구에서는 멀티 모드 광섬유 및 SPF를 활용해 재현성 및 내구성 부분에서 성능을 개선하였다. 또한, 센서 제작에 과정 중 MoS₂를 광섬유에 코팅하기 위한 용액의 용매로서 기존의 선행 연구는 Di water를 사용하였으나 본 연구에서는 DMF 용액을 사용함으로써 MoS₂ 코팅 시간을 단축하며, 반응도를 0.01 dB에서 최대 0.5 dB로 개선하였다. 또한, 기존에 연구된 여러 광섬유 기반 습도센서들의 경우 반응 시간이 최소 1초에서 일부 센서는 최대 2분까지 반응하는데 시간이 소요됐다. 회복 속도의 경우 최소 4초에서 약 90초까지 매우 느린 반응 속도를 보였다. 본 연구에서는 반응 속도는 약 0.52초가량으로 나타났고, 회복 속도는 약 2.951초이다. 단일 모드 식각 광섬유 기반 습도 센서 선행 연구와 비교해서 더 느린 반응속도를 보였다. 이는 습도 센서의 반응속도 보다는 H₂O 분자가 흡착되고, 분리되는 속도가 느려서 발생한 현상으로 보인다. 이러한 현상은 호흡 반응 실험 과정에서 의도적으로 공기의 흐름을 발생시켜 습도를 급격하게 변화시키면, 습도 센서의 출력 광 세기 또한 급격하게 변화하는 것으로 확인할 수 있었다. 추후 추가적인 연구를 통해서 습도 변화에 대한 반응도를 높이고, 반응속도 및 습도 변화에 대한 회복 속도 또한 개선할 계획이다.

Year	Configuration	Dynamic Range (%RH)	Response Time	Recovery Time	Relative Power Variation
This paper	MoS ₂ Coated Etched fiber	50 (40-90)	< 0.85 sec	< 2.952 sec	0.5 dB
This paper	MoS ₂ Coated Side polishing fiber	60 (30-90)	< 0.7 sec	< 3.212 sec	0.14 dB
2017	MoS ₂ coated ESMF	60 (20-80)	< 0.066 sec	< 2.395 s	0.01 dB
2017	MoSe ₂ coated SPF	41 (32-73)	< 1-4 sec	< 4 sec	14.3 dB
2010	Ag-Polyaniline coated U-bend fiber	90 (5-95)	< 30 sec	< 90 sec	28.78 mV/%RH
2012	Hollow core photonic band-gap filter	90 (0-90)	< 78-118 sec	-	-
2011	MMF coated with PVA at distal end	40 (25-65)	< 2 min	-	-

표 4.2 광섬유 기반 습도센서들의 성능 지표 비교

제5장 결론

기존의 선행 연구를 통해 전자식 습도센서의 단점을 보완하기 위해 광섬유 기반 습도 센서가 많이 연구되어 왔다. 기존의 광섬유 기반 습도센서는 다양한 방법으로 구현됐으며, 그 성능 지표 또한 다양하다. 습도센서로서 성능 지표는 민감도, 반응 속도, 감지 범위, 제작 난이도, 측정 방식 등 다양한 지표가 존재한다. 또한, 구조에 따라서 센서의 크기, 다중 지점 측정 여부 등 차이가 발생한다.

본 연구에서는 기존에 선행된 다양한 습도센서에서 재현성, 민감도, 반응 속도를 개선하기 위한 연구를 진행하였으며, 습도에 반응하는 재료로서, 주변 H_2O 분자의 농도에 따라서 굴절률이 변화하는 MoS_2 가 사용되었다. 광섬유를 HF 용액에 식각하여 제작한 식각 광섬유 방식과 기존에 기성품으로 사용된 측면 식각 광섬유를 이용한 2가지 방식으로 습도센서를 구현하였다. 총 2가지 방식으로 실험을 진행하였으며 호흡에 대한 반응, 온습도 제어 챔버를 통한 습도 제어 실험을 진행하였다. 호흡 반응의 경우 센서에서 15cm 거리를 유지하며 호흡을 하였으며 그에 따른 센서의 출력 광 세기 변화를 측정하였다. 호흡 반응 실험 결과 식각 광섬유는 약 0.85초의 반응 시간을 보였으며 0.5 dB의 민감도를 보였다. 측면 식각 광섬유의 경우 약 0.7초의 반응 시간을 보였으며, 약 0.1dB의 민감도를 보였다. 온습도 제어 챔버를 통한 실험의 경우 온도를 35도로 고정하고 습도를 30%에서 90%까지 변화하며 측정을 하였다. 온습도 제어 챔버 실험의 경우 식각 광섬유는 습도 변화에 따라 비선형적으로 출력 광 세기가 변화하였으며 높은 습도 환경에서 높은 광 손실률을 보였다. 측면 식각 광섬유의 경우 동일한 환경에서 식각 광섬유와 동일하게 비선형적으로 출력 광 세기가 변화하였으며 높은 습도에서 높은 광 손실률을 보였다. 전체 실험 과정에서 식각 광섬유 습도센서의 경우 높은 민감도 및 반응 속도를 보였으나 제작과정에서 낮은 재현성, 높은 제작 난이도 등이 단점으로 작용하였다. 측면 식각 광섬유의 경우 높은 재현성 및 낮은 제작 난이도 등 장점이 있으나 식각 광섬유 센서에 비해서 느린 반응 속도 및 민감도를 보였다.

본 연구에서 제작된 습도센서들의 호흡에 대한 반응도 및 회복 속도를 수식화하여 성능 지표를 호흡 반응 지수로 정량화하였다. 호흡 반응 지수는 그 수치가 높을수록 호흡에 대한 반응 이후 빠른 회복 속도를 가진다. 습도 변화에 대한 빠른 회복 속도는 습도 센서에 있어서 중요한 성능 지표 중 하나이며, 이를 정량화하여 추후 연구를 통해 개선

할 수 있는 비교 수치를 제안했다. 식각 광섬유 기반 습도센서의 호흡 반응 지수는 0.32714로 측면 연마 광섬유에 비해서 높은 수치를 보였다. 측면 연마 광섬유 기반 습도 센서의 경우 0.2098-0.2293으로 식각 광섬유 기반 습도센서에 비해서 낮은 값을 가졌다. 향후 추가적인 연구를 통해서 planar wave guide와 같은 넓은 면적을 가진 광신호 전달 매체를 통해 MoS₂와 광섬유 센서 간 반응도를 높여, 높은 민감도, 낮은 반응 속도를 가질 것으로 기대한다.

[참고문헌]

- [1] Z. Chen, C. Lu, Humidity sensors: a review of materials and mechanisms, *Sensor Letters* 3, 274 - 295, (2005)
- [2] S. Das and M. Pal, *J. Electrochem. Soc.* 167, 037562 (2020)
- [3] J. Green, I. Dyer, Measurement of humidity, *Anaesthesia and Intensive Care Medicine* 10, 45 - 47 (2009)
- [4] 김지수 외 6. “가압경수로 노즐 맞대기 이중금속용접부의 용접잔류 응력 예측”, 대한기계학회논문집 A권, 제36권 제2호, 2012.
- [5] 김영민, 이건철, “열화손상이 발생한 전도성시멘트복합체의 전기저항특성”, 한국건축시공학회 20권, 제2호, 149-150 2020.
- [6] 윤인석, “콘크리트의 미세구조 특성이 전기저항에 미치는 영향”, 한국구조물진단유지관리공학회, Vol. 17, 6, 112-129, 2013
- [7] 국내 원자력 발전소들의 위치와 현황
 “<https://blog.daum.net/miriyu/15601245>”
- [8] 한국표준과학연구원(KRISS), 반도체 공정관리의 새로운 기준 제시
 “<https://www.fnnews.com/news/201904031025000135>”
- [9] 검증된 ICT 기자재·센서, 스마트팜 확산 ‘핵심’
 “<https://www.koit.co.kr/news/articleView.html?idxno=80139>”
- [10] B.H. Dijkink, M.M. Tomassen, J.H.A. Willemsen, W.G. Doorn, Humidity control during bell pepper storage, using a hollow fiber membrane contactor system, *Postharvest Biology and Technology* 32, 311 - 320, (2004)
- [11] A. Monti, A. Zatta, Root distribution and soil moisture retrieval in perennial and annual energy crops in Northern Italy, *Agriculture, Ecosystems and Environment* 132, 252 - 259, (2009)
- [12] M. Blanco, J. Coello, H. Iturriaga, S. MasPOCH, M. Rovira, Determination of water in ferrous lactate by near infrared reflectance spectroscopy with a fibre-optic probe, *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis* 16, 255 - 262, (1997)
- [13] Y. Kang, H. Ruan, Y. Wang, F.J. Arregui, I.R. Matias, R.O. Claus, Nanostructured optical fibre sensors for breathing airflow monitoring, *Measurement Science Technology* 17, 1207 - 1210, (2006)

- [14] 2] M. Kaya, P. Sahay, C. Wang, Reproducibly reversible fiber loop ringdown water sensor embedded in concrete and grout for water monitoring, *Sensors and Actuators B* 176, 803 - 810, (2013)
- [15] A. Fujita, R. Kurose, S. Komori, Experimental study on effect of relative humidity on heat transfer of an evaporating water droplet in air flow, *International Journal of Multiphase Flow* 36, 244 - 247, (2010)
- [16] 신윤수, 정용준, 이충호, 양승환. 스마트팜 환경 요소 측정과 표준화 연구, 한국 농업기계학회 학술발표논문집, 제23권 제2호 :270-270, 2018.
- [17] 이승우, 구평희, 이화기. “주문형 가공체계를 위한 공정관리시스템 개발”, 한국 설비보전학회지, 제6권 제1호 :291-301, 2000
- [18] 박찬복, 이덕출. “습도센서의 기술동향”, *The Korean Institute of Electrical Engineers*, Vol41 2 12-21 (1992)
- [19] F.C. Favero, J. Villatoro, V. Pruneri, Microstructured optical fiber interferometric breathing sensor, *Journal of Biomedical Optics* 17, 037006, (2012)
- [20] 김기수. “광섬유 센서를 이용한 사회기반시설 구조물의 스마트 모니터링 기법”, *대한토목학회지*, Vol55 4 81-91 (2007)
- [21] 이창구. “이황화몰리브덴의 물리적특성 및 응용”, *The Korean Institute of Electrical Engineers*, Vol.62 11. 33-36 (2013)
- [22] K. F.Mak, C.Lee, J.Hone, J. Shan& T. F. Heinz, Atomically Thin MoS₂: A New Direct-Gap Semiconductor. *Phys. Rev. Lett.*105, 136805 (2010)
- [23] Alper Gurarlan. et.al, *Advanced materials*. 10055-10060 (2016)
- [24] Bobo Du et.al, *Sensors and Actuators B: Chemical*. Vol.251, 180-184, (2017)
- [25] Youqing Wang et.al, *Applied Physics Letters*. 109, 031107, (2016)
- [26] 광섬유 구조
[“http://www.fbg.co.kr/kor/sub_02/0201.php”](http://www.fbg.co.kr/kor/sub_02/0201.php)
- [27] Mishra, A. C., Lohia, P., & Dwivedi, D. K. “Long Period Grating based Optical Fiber Sensors: Fabrication Techniques and Characteristics.” 2020 International Conference on Electrical and Electronics Engineering (ICE3). (2020).
- [28] 손경락, 최영길, 장세인, 최재윤. “선박적용을 위한 장주기 광섬유 격자 압력센서의 기초 연구”, *한국마린엔지니어링학회*, 202-203 (2005)
- [29] Yao LIN, Yuan Gong, Yu Wu, Huijuan Wu, “Polyimide-Coated Fiber Bragg

- Grating for Relative Humidity Sensing”, *Photonic sensors*, Vol.5, 1, 60-66 (2015)
- [30] Tenghui Ouyang, et.al, “Enhanced optical sensitivity of molybdenum diselenide (MoSe₂) coated side polished fiber for humidity sensing”, *Optics Express*, Vol.25, 9 9823 (2017)
- [31] Yang, J., Dong, X., Ni, K., Chan, C. C., & Shun, P. P., “Intensity-modulated relative humidity sensing with polyvinyl alcohol coating and optical fiber gratings”, *Applied Optics*, 54(10), 2620, (2015)
- [32] W. Zhang, D.J. Webb, G.D. Peng, “Investigation into time response of polymer fiber bragg grating based humidity sensors”, *Journal of Lightwave Technology* 30, 1090 - 1096, (2012)
- [33] S. Pissadakis, N.A. Vainos, M. Konstantaki, “Thin film overlaid long period fibre grating sensors: examples and prospects for advanced health monitoring applications” in: *Proceedings of the 9th International Conference on Information Technology and Applications in Biomedicine, ITAB, 2009.*
- [34] M.V. Fuke, P. Kanitkar, M. Kulkarni, B.B. Kale, R.C. Aiyer, “Effect of particle size variation of Ag nanoparticles in polyaniline composite on humidity sensing”, *Talanta* 81, 320 - 326, (2010)
- [35] J. Estella, P. Vicente, J.C. Echeverría, J.J. Garrido, A fibre-optic humidity sensor based on a porous silica xerogel film as the sensing element, *Sensors and Actuators B* 149, 122 - 128, (2010)
- [36] M.Y. Noor, N. Khalili, I. Skinner, G.D. Peng, “Optical relative humidity sensor based on a hollow core-photonic band gap fiber”, *Measurement Science and Technology* 23, 085103 - 085110, (2012)
- [37] B. Wang, F. Zhang, F. Pang, T. Wang, “An optical fiber humidity sensor based on optical absorption”, in: *Proc. of SPIE-OSA-IEEE Asia Communications and Photonics* vol. 8311, 83112A, (2011)
- [38] Qing Hua Wang. et.al, *Nature Nanotechnology*, Vol.7, 699-712, (2012)
- [39] Rou Jun Toh. et.al, “3R phase of MoS₂ and WS₂ outperforms the corresponding 2H phase for hydrogen evolution”, *Chemical Communications*, 21, (2017).
- [40] S.Wang, C.An, and J.Yuan, *Materials*. Vol.3, 401-433, (2010)
- [41] C. H. Henry, R. A. Logan, K. A. Bertness, “Spectral dependence of the change in

- refractive index due to carrier injection in GaAs lasers”, *Journal of Applied Physics*, 52(7), 4457 - 4461, (1981)
- [42] Huynh V. Phuc, Nguyen N. Hieu, Bui D. Hoi, Nguyen V. Hieu, Tran V. Thu, Nguyen M. Hung, Victor V. Ilyasov, Nikolai A. Poklonski, et al. “Tuning the Electronic Properties, Effective Mass and Carrier Mobility of MoS₂ Monolayer by Strain Engineering: First Principle Calculation”, *Journal of Electronic Materials*, 47(1), 730-736, (2018)
- [43] Jinyang Xi, Tianqi Zhao, Dong Wang, Zhigang Shuai, “Tunable Electronic Properties of Two-Dimensional Transition Metal Dichalcogenide Alloys: A First-Principles Prediction”, *ACS Publications*, 5, 285-291, (2014)
- [44] W.L.Suchanek and R.E.Riman, *Advances in Science and Technology*, Vol.45, 184-193, (2006)
- [45] Reza Khazaeinezhad et.al, *Optics Communications*, 224-230, (2015)
- [46] K. Kashiwagi, S. Yamashita, S.Y. Set, *Photonics Packaging, Integration, and Interconnects VII*, SPIE, Vol.6478, 64780G-7, (2007)
- [47] What is Raman Spectroscopy, HORIBA
 “<https://www.horiba.com/en/en/raman-imaging-and-spectroscopy/>”
- [48] Raman spectroscopy of single and multi layer MoS₂
 “<https://mos2crystals.com/mos2-raman-spectroscopy/>”
- [49] Bobo Du. et.al, “MoS₂-based all-fiber humidity sensor for monitoring human breath with fast response and recovery”, *Sensors and Actuators B*, Vol.251, 180-184, (2017)
- [50] Foad Ghasemi, et.al, “A Sequential Solvent Exchange Method for Controlled Exfoliation of MoS₂ suitable for Phototransistor Fabrication“, *ACS Applied Materials&Interfaces*, 8(45), 31179-31191, (2016)
- [51] 육재호, “광섬유의 굴절을 특성”, *대한전자공학회*, 6, 18-21, (2009)
- [52] Gyeongho Son, Youngho Jung, Kyoungsik Yu, “Fiber-Optic Directional Coupler Using HF Wet-Etching”, *JKIEES*, 28(1), 25-32, (2017)
- [53] Eric J, Wesley D. Sacher, Joyce K. S. Poon, “Hydrofluoric acid flow etching of low-loss subwavelength-diameter biconical fiber tapers”, *Optics Express*, 18(21), 22593-22598, (2010)

- [54] 유강희, 김영호, “광섬유 접속부의 환경 변화에 따른 손실변화 연구”, 한국해양정보통신학회논문지, 제11권 제2호: 349-357 2007.
- [55] Rajibur Rahaman Khan, Shin-Won Kang, “A High Sensitivity and Wide Dynamic Range Fiber-Optic Sensor for Low-Concentration VOC Gas Detection” *Sensors*, 14,(12) (2014)
- [56] Shiao-Min Tseng, Chin-Lin Chen, “Side-polished fibers”, *Applied Optics*, 31(18), 3438. (1992)
- [57] Radan SlavõÅka,, et.al, “Novel spectral fiber optic sensor based on surface plasmon resonance”, *Sensors and Actuators B: Chemical*, 74(1-3), 106-111, (2001)